

DESENVOLVIMENTO DE UMA ROTINA DE MEDIÇÃO DO TAMANHO DE GRÃO DO WC EM METAL DURO RECORRENDO À DIFRAÇÃO DE ELETRÕES RETRODIFUNDIDOS

Angelo Kanitar Castro¹

¹ Estudante do 5º ano do Mestrado Integrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Dissertação de Mestrado realizada
sob a orientação do Prof. Luís Filipe Malheiros de Freitas Ferreira
e coorientação do Prof. Eduardo das Neves Martins Soares

Porto, julho de 2014

<i>Candidato</i>	Angelo Kanitar Castro		<i>Código</i>	090508019
<i>Título</i>	Desenvolvimento de uma rotina de medição do tamanho de grão do WC em metal duro recorrendo à Difração de Elétrões Retrodifundidos			
<i>Data</i>	23 de Julho de 2014			
<i>Local</i>	Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto – Sala F103 – 11:00h			
<i>Júri</i>	<i>Presidente</i>	Professor Doutor Fernando Jorge Mendes Monteiro	DEMM/FEUP	
	<i>Arguente</i>	Professora Doutora Maria Helena Sousa Soares de Oliveira Braga	DEF/FEUP	
	<i>Orientador</i>	Professor Doutor Luís Filipe Malheiros de Freitas Ferreira	DEMM/FEUP	

Motivação

A caracterização microestrutural de qualquer classe de materiais é fundamental para melhor interpretar as suas propriedades assim como para otimizar o seu desempenho em serviço. No caso particular do metal duro, o seu grau possui um papel determinante na definição das suas propriedades. Logo, como este é caracterizado pelo teor de Co e pelo tamanho de grão do WC, estes parâmetros devem ser avaliados.

Ao desenvolver novos graus de metal duro submicrométricos a ultrafinos (0,7-0,4 μm), a DURIT - Metalurgia Portuguesa de Tungsténio, L.^{da} confrontou-se com um impasse no que diz respeito à caracterização microestrutural já que as técnicas de microscopia ótica e eletrónica de varrimento, tradicionalmente utilizadas, afiguraram-se insuficientes.

A Difração de Eletrões Retrodifundidos (EBSD) permite uma medição expedita do tamanho de grão de WC comparativamente à técnica de interseção linear, habitualmente utilizada para este fim. Tal capacidade é devida à utilização, em EBSD, da orientação cristalográfica para distinção entre os diversos grãos. O presente trabalho assenta, desta forma, na determinação das melhores condições de aplicação do EBSD com o propósito de obter a distribuição do tamanho de grão do WC, assim como o seu valor médio, em alguns graus de metal duro produzidos pela DURIT - Metalurgia Portuguesa de Tungsténio, L.^{da}.

Resumo

O objetivo desta dissertação de mestrado é o desenvolvimento da melhor rotina de medição do tamanho de grão do WC, em diferentes graus de metal duro produzidos pela DURIT - Metalurgia Portuguesa do Tungsténio, L.^{da}, recorrendo à Difração de Elétrões Retrodifundidos (EBSD).

Um dos principais requisitos para a indexação de mapas por EBSD passa por uma preparação metalográfica extremamente cuidadosa visto que o sinal é sensível à deformação da malha. Nesse sentido, procurou-se analisar a influência de duas rotinas diferentes de preparação de amostras na qualidade dos mapas indexados por EBSD.

O primeiro desafio consistiu no desenvolvimento de uma rotina de redução de ruído, compreendendo a definição do tamanho mínimo de grão em pixéis e o respetivo processo de expansão. A qualidade dos mapas indexados por EBSD foi avaliada através do parâmetro de qualidade de imagem (IQ). Por sua vez, a fiabilidade dos dados indexados foi avaliada através do índice de confiança (CI) e do parâmetro de ajustamento (FIT).

Determinou-se ainda a influência da presença das fronteiras de grão $\Sigma 2$ na análise do tamanho médio de grão de cada uma das amostras estudadas. Certificou-se que a presença dessas fronteiras, na análise referida, induz sempre uma diminuição do tamanho médio de grão.

Palavras-Chave

EBSD, índice de confiança, parâmetro de ajustamento, IQ, tamanho de grão

Abstract

The main objective of this master thesis is the development of a WC grain measurement routine, in different cement carbide grades produced by DURIT - Metalurgia Portuguesa do Tungsténio, L.^{da} by using the Electron Backscatter Diffraction (EBSD) technique.

This technique imposes an optimized specimen metallographic preparation because its signal is sensible to lattice deformation. Based on this, two different sample preparation routines were developed in order to analyze their influence on the EBSD indexed maps quality.

The first challenge was the definition of a noise reduction routine with the following steps: definition of a cut-off size, and dilatation process. The quality of the maps was assessed by the IQ value. The reliability of the indexed solutions was evaluated by the confidence index (CI) and the fit parameter (FIT).

The influence of the $\Sigma 2$ boundaries on the mean grain size was studied; the presence of those boundaries is responsible for a decrease of this index.

Keywords

EBSD, confidence index, fit, IQ, grain size

Agradecimentos

Sinto o seguinte trabalho como o culminar de uma das etapas muito enriquecedoras que terei durante a minha vida. Por este motivo, é com muita satisfação que quero expressar o meu agradecimento a todos que me deram meios, força e coragem para superar desde os momentos mais fáceis até os mais desafiantes.

Em primeiro lugar à DURIT - Metalurgia Portuguesa do Tungsténio, L.^{da}, em especial ao Eng^o Manuel Valente, por me ter concedido a oportunidade de ter esta experiência enriquecedora. Neste contexto ainda expresso toda a minha gratidão ao Professor Eduardo Soares, por todo o tempo dispensado, dicas e apoio que me deu para realização deste trabalho.

Não poderia deixar de expressar um profundo agradecimento ao Professor Luís Filipe Malheiros pelo manifesto interesse, amizade e consideração durante a orientação deste trabalho. Muito obrigado professor!

Agradeço ao CEMUP - Centro de Materiais da Universidade do Porto, nomeadamente ao Doutor Carlos Sá por me ter deixado despender inúmeras tardes a consultar livros e a utilizar o TSL OIM Analysis 5[®] lá instalado. Desta mesma instituição, deixo um agradecimento bastante especial ao Dr. Rui Rocha, pela amizade, grande auxílio e tempo que me dedicou mais que uma vez quando apresentei dúvidas.

Estou igualmente muito grato à NANIUM SA, em especial aos Engenheiros Pedro Rio e Rodrigo Almeida, por me terem recebido, tirado dúvidas e disponibilizado o equipamento de polimento iónico para utilização no presente trabalho.

Deixo um agradecimento radiante aos meus colegas de curso. É inegável que aprendi muito com vocês a cada dia, e me tornei acima de tudo uma pessoa melhor. Obrigado por tudo! Vocês estão no meu coração!

Agradeço à minha família por acreditarem em mim, e por me propiciarem as condições mais favoráveis para cumprir este desafio. Sem vocês não teria chegado aqui. Amo todos vocês!

Obrigado Sabina Sobral por me ter apoiado incondicionalmente, e por sempre ter acreditado em mim, mesmo nos momentos mais difíceis. Sem você não seria metade

do que sou, e meu sucesso não seria nenhum sem ti. Te amo do fundo do meu coração.

Lista de figuras

Figura 1: Componentes em metal duro produzidos pela DURIT; (a) cilindro de laminagem; (b) punção; (c) matriz de prensagem de pós e (d) anel de vedação.....	1
Figura 2: Fluxograma de produção de ferramentas em metal duro pela DURIT [1]. ...	2
Figura 3: Representação esquemática do funcionamento de um sistema EBSD.....	4
Figura 4: Determinação das direções cristalográficas presentes num padrão de Kikuchi de uma amostra de silício. (a) Padrão de Kikuchi inicial; (b) Transformada de Hough aplicada ao padrão; (c) Picos da transformada de Hough devidamente identificados e coloridos; (d) Linhas do padrão de difração original correspondentes aos picos encontrados a partir da transformada de Hough; (e) Padrão de difração indexado [9].....	5
Figura 5: Gráfico da fração numérica do número de grãos, em função do tamanho de grão em pixels (Adaptado de [11]).	8
Figura 6: Mapa EBSD de uma amostra de metal duro (a) antes e (b) depois da imposição do tamanho mínimo de grão em pixels.....	8
Figura 7: Probabilidade de acerto da solução indexada em função do índice de confiança para o caso do alumínio policristalino (Adaptado de [16]).	10
Figura 8: Fluxograma do método experimental utilizado no presente trabalho.	16
Figura 9: Fluxograma das etapas da rotina de polimento mecânico.....	17
Figura 10: Equipamento utilizado para o polimento iônico.	18
Figura 11: Fluxograma da rotina de redução de ruído dos mapas EBSD.....	19
Figura 12: Fluxograma dos passos estabelecidos para a análise do índice de confiança.	20
Figura 13: Fluxograma dos passos estabelecidos para a análise do parâmetro de ajustamento.....	21

Figura 14: Mapas IQ das amostras (a) GD05, (b) GDX e (c) GD08NC preparadas mecanicamente.	24
Figura 15: Imagens em SEM das amostras (a) GD05, (b) GDX e (c) GD08NC preparadas mecanicamente.	25
Figura 16: Delimitação da área de análise do mapa IQ da amostra GD08NC preparada mecanicamente.	26
Figura 17: Área utilizada na análise do mapa IQ indexado a partir da amostra GD08NC preparada mecanicamente.	26
Figura 18: Gráfico da fração de pontos em função do índice de confiança dos mapas das amostras preparadas por polimento mecânico.....	27
Figura 19: Mapas da distribuição do índice de confiança da amostra (a) GD05; (b) GDX e (c) GD08NC, (1) antes e (2) depois da padronização do CI.	28
Figura 20: Gráfico da fração numérica de pontos em função do índice de confiança para os mapas após padronização do CI.	29
Figura 21: Distribuição da fração de área em função do tamanho de grão das amostras preparadas mecanicamente, (a) excluindo e (b) incluindo as fronteiras $\Sigma 2$ na análise.	31
Figura 22: Distribuição da fração numérica em função do tamanho de grão das amostras preparadas mecanicamente, (a) excluindo e (b) incluindo as fronteiras $\Sigma 2$ na análise.....	32
Figura 23: Mapa IQ da amostra GD05. Encontram-se representadas a vermelho as fronteiras que apresentam uma rotação de 90° relativamente à direção [1010].	32
Figura 24: Mapa IQ da amostra GDX. Encontram-se representadas a vermelho as fronteiras que apresentam uma rotação de 90° relativamente à direção [1010].	33
Figura 25: Mapa IQ da amostra GD08NC. Encontram-se representadas a vermelho as fronteiras que apresentam uma rotação de 90° relativamente à direção [1010].	33

Figura 26: Mapas IQ da amostra GD05 preparada segundo a rotina de polimento (a) RPI (I) e (b) RPI (II) e (c) mapa da amostra GDX preparada de acordo com a rotina RPI (I).	35
Figura 27: Imagens de SEM da amostra GD05 preparada segundo a rotina de polimento (a) RPI (I) e (b) RPI (II), (c) assim como da amostra GDX preparada segundo a rotina RPI (I).	35
Figura 28: Área delimitada do mapa apresentado na Figura 26 (b).	36
Figura 29: Gráfico da fração numérica de pontos em função do índice de confiança dos mapas das amostras GD05 e GDX preparadas segundo as rotinas de polimento iônico.	37
Figura 30: Gráfico da fração numérica de pontos em função do índice de confiança dos mapas das amostras GD05 e GDX, preparadas de acordo com as rotinas de polimento iônico, após padronização do CI.	38
Figura 31: Distribuição da fração de área em função do tamanho de grão das amostras preparadas por polimento iônico, (a) excluindo e (b) incluindo na análise as fronteiras $\Sigma 2$	40
Figura 32: Distribuição da fração numérica em função do tamanho de grão das amostras preparadas por polimento iônico, (a) excluindo e (b) incluindo na análise as fronteiras $\Sigma 2$	40
Figura 33: Mapa IQ da amostra GD05 preparada segundo a rotina de preparação RPI (I). São representadas a vermelho as fronteiras que exibem uma rotação de 90° relativamente à direção [1010].	41
Figura 34: Mapa IQ da amostra GD05 preparada segundo a rotina de preparação RPI (II). São representadas a vermelho as fronteiras que exibem uma rotação de 90° relativamente à direção [1010].	41

Figura 35: Mapa IQ da amostra GDX preparada por polimento iônico. São representadas a vermelho as fronteiras de grão que exibem uma rotação de 90° relativamente à direção [1010].	42
Figura 36: Gráficos que representam, para os graus de metal duro (a) GD05 e (b) GDX, a variação do parâmetro da qualidade de imagem com a técnica de preparação utilizada.	43
Figura 37: Gráficos que representam, para os graus de metal duro (a) GD05 e (b) GDX, a variação do índice de confiança com a técnica de preparação utilizada.	44
Figura 38: Gráficos que representam, para os graus de metal duro (a) GD05 e (b) GDX, a variação do parâmetro de ajustamento (°) em função da técnica de preparação utilizada.....	44
Figura 39: Gráficos que representam, para os graus de metal duro (a) GD05 e (b) GDX, a variação do tamanho médio de grão com a técnica de preparação utilizada.	45

Lista de tabelas

Tabela 1: Composição química e tamanho de grão dos diferentes graus de metal duro analisados.	11
Tabela 2: Levantamento bibliográfico das principais técnicas de preparação de amostras para posterior observação em EBSD.	12
Tabela 3: Especificações da preparação metalográfica de amostras de metal duro [20].	13
Tabela 4: Parâmetros utilizados na realização do polimento iônico.....	18
Tabela 5: Condições operacionais utilizadas na observação das amostras em EBSD. .	19
Tabela 6: Fração de pontos indexados para cada um dos mapas obtidos.....	23
Tabela 7: Valores médios dos parâmetros utilizados na análise da qualidade e fiabilidade dos mapas indexados a partir das amostras preparadas mecanicamente. .	24
Tabela 8: Valores médios dos parâmetros utilizados para avaliação da qualidade do mapa da amostra GD08NC.	26
Tabela 9: Influência das fronteiras de grão $\Sigma 2$ no tamanho médio de grão de cada uma das amostras preparadas mecanicamente.	30
Tabela 10: Valores do tamanho de grão médio obtidos por EBSD e por TIL.	31
Tabela 11: Comprimento (μm) das fronteiras analisadas nos mapas das amostras preparadas mecanicamente.	34
Tabela 12: Valores médios dos diferentes parâmetros utilizados na análise da qualidade e fiabilidade dos mapas indexados a partir das amostras preparadas por polimento iônico.	34
Tabela 13: Valores médios dos parâmetros para a avaliação da qualidade e fiabilidade do mapa da Figura 28.....	36

Tabela 14: Valores médios do índice de confiança associados aos mapas das amostras GD05 e GDX preparadas segundo as diferentes rotinas de polimento iónico, após padronização do Cl.....	37
Tabela 15: Valores médios do parâmetro de ajustamento dos mapas das amostras preparadas por polimento iónico, após padronização do FIT.	38
Tabela 16: Tamanho médio de grão de cada uma das amostras preparadas por polimento iónico, com e sem a influência das fronteiras $\Sigma 2$	39
Tabela 17: Comparação dos valores do tamanho médio de grão obtidos por EBSD e TIL.	39
Tabela 18: Comprimento (μm) dos diferentes tipos de fronteiras presentes nos mapas das amostras preparadas por polimento iónico.	42

Glossário

CCD	<i>Charged coupled device</i>
CI	Índice de confiança
CSL	Lugares de malha coincidentes
EBSD	Difração de elétrons retrodifundidos
ECD	<i>Equivalent circle diameter</i>
FIT	Parâmetro de ajustamento
SEM	Microscopia eletrônica de varrimento
IQ	Parâmetro de qualidade da imagem
OIM	<i>Orientation Imaging Microscopy</i>
TIL	Técnica de interseção linear

Índice

I. Revisão bibliográfica.....	1
I.1 Metal duro	1
I.2 Difração de Elétrons Retrodifundidos (EBSD)	3
I.3 Ruído dos mapas EBSD	7
I.4 Qualidade e fiabilidade dos mapas.....	8
II. Desenvolvimento do método de trabalho.....	11
II.1 Preparação das amostras	11
II.2 Rotina de redução de ruído	14
II.3 Análise da qualidade e fiabilidade dos mapas	14
II.4 Análise do tamanho de grão.....	14
III. Método experimental	16
III.1 Preparação das amostras	16
III.2 Observação em EBSD	18
III.3 Rotina de redução do ruído.....	19
III.4 Análise da qualidade e fiabilidade dos mapas	20
III.5 Análise das fronteiras de grão $\Sigma 2$	21
III.6 Análise do tamanho de grão	22
IV. Resultados.....	23
IV.1 Redução de ruído	23
IV.2 Estudo dos mapas das amostras preparadas mecanicamente	23
IV.3 Estudo dos mapas das amostras preparadas por polimento iónico.....	34
IV.4 Preparação mecânica vs polimento iónico	43
V. Conclusões	46
VI. Recomendações para trabalhos futuros.....	47
VII. Referências bibliográficas	48

Anexos.....

I. Revisão bibliográfica

I.1 Metal duro

O metal duro é um compósito constituído por uma fase dura de carbonetos metálicos (geralmente WC) embebidos ou cementados numa matriz metálica dúctil denominada ligante (geralmente Co). A sua principal característica é a elevada resistência ao desgaste, o que faz com que apresente um vasto campo de aplicações (ver Figura 1) [1, 2].

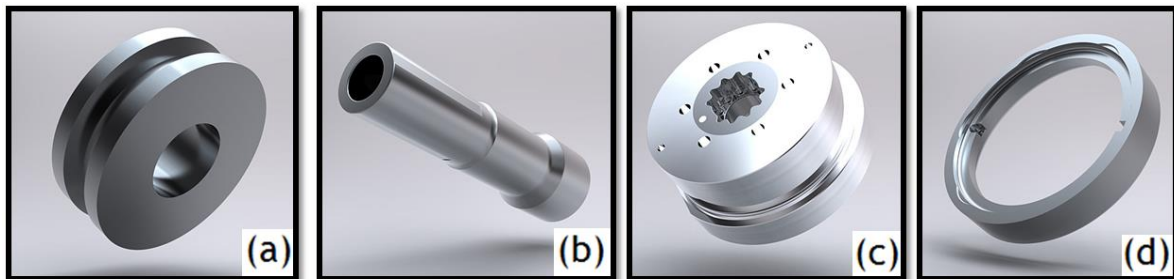


Figura 1: Componentes em metal duro produzidos pela DURIT; (a) cilindro de laminagem; (b) punção; (c) matriz de prensagem de pós e (d) anel de vedação¹.

O grau do metal duro é função do tamanho de grão do WC e do teor de ligante. O primeiro parâmetro exerce uma influência, de forma inversamente proporcional, sobre a tenacidade e resistência ao impacto; por sua vez, o segundo exerce uma influência, de forma diretamente proporcional, sobre a tenacidade e inversamente proporcional sobre a resistência ao desgaste [1].

I.1.1 Processo produtivo

O metal duro é obtido por pulverometalurgia, tecnologia que envolve a produção de componentes a partir de pós elementares a fim de obter um produto com densidade, microestrutura, propriedades e *performance* desejadas [1].

Os passos deste processo estão esquematicamente sintetizados na Figura 2.

¹ Cortesia da DURIT - Metalurgia Portuguesa do Tungstênio, L.^{da}.

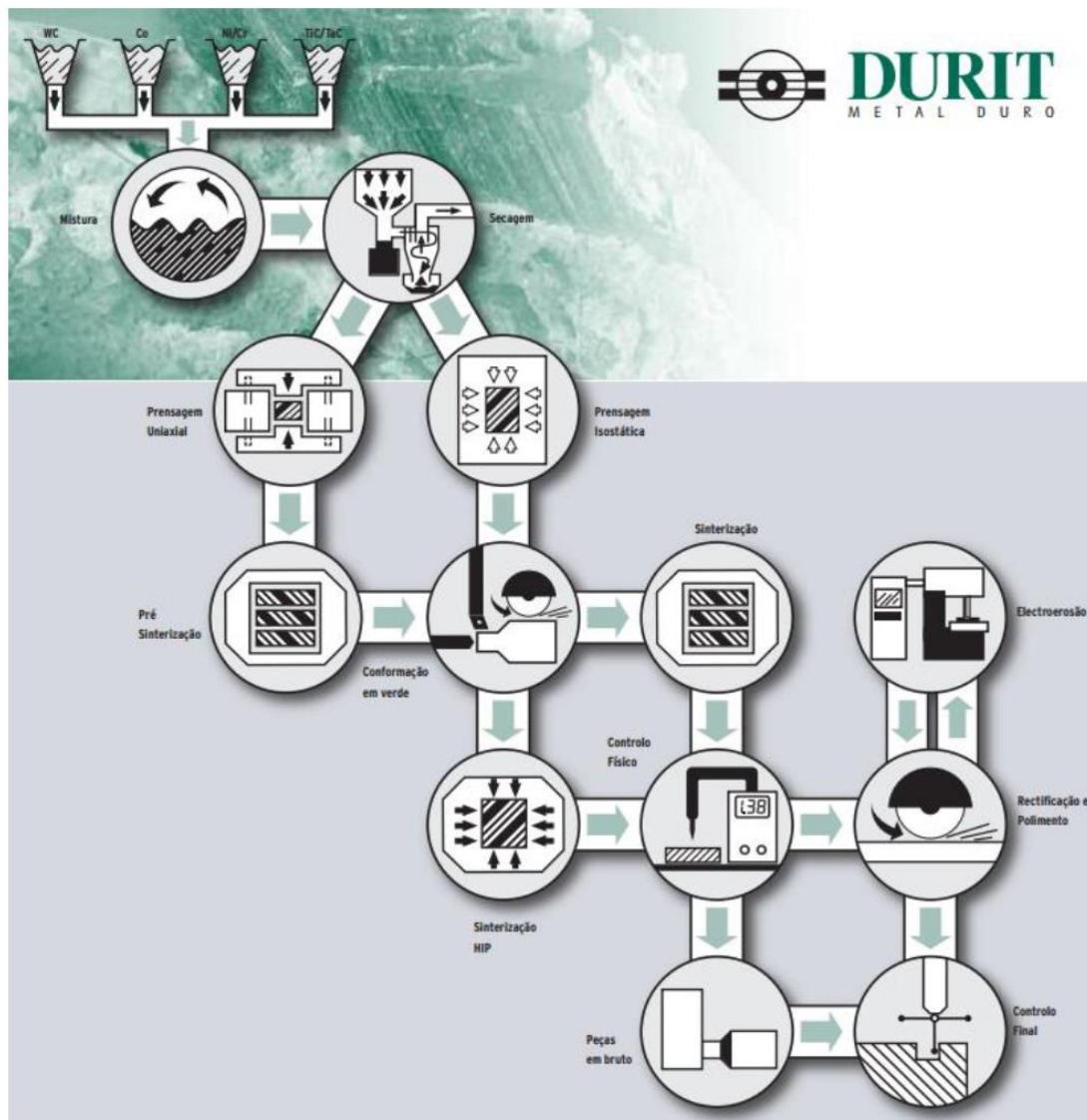


Figura 2: Fluxograma de produção de ferramentas em metal duro pela DURIT [1].

Apesar da qualidade do produto final depender do sucesso de todas as etapas do processo produtivo, a sinterização merece particular destaque.

A sinterização do metal duro tem como principal objetivo a eliminação de toda a porosidade (observa-se uma redução de volume na ordem dos 40 a 50 %). Este processo desenvolve-se em dois estágios diferentes: um inicial, que ocorre no estado sólido, referente ao rearranjo das partículas, e um posterior, na presença de uma fase líquida, a uma temperatura superior à eutética do sistema pseudobinário WC-Co (1320°C). Durante as referidas etapas regista-se um aumento do tamanho de grão do WC, resultante da diminuição de energia de superfície do sistema [3].

O crescimento dos grãos de metal duro durante a sinterização no estado sólido ocorre devido a um processo de coalescência² cujos mecanismos não são de todo conhecidos [4]. Segundo o estudo desenvolvido por Kumar, *et al.* [5] este processo ocorre através de fronteiras de grão de baixa energia, em detrimento da fração numérica destas mesmas fronteiras.

Estas fronteiras de baixa energia pertencem ao grupo das fronteiras de grão com lugares de malha coincidentes (CSL) e são conhecidas por fronteiras de grão $\Sigma 2$ ³.

O WC apresenta uma estrutura hexagonal com uma relação c/a igual a 0,9766. Contudo, não existem fronteiras de grão CSL em estruturas hexagonais. No entanto, as fronteiras de grão WC/WC com 90° de rotação em relação à direção $[10\bar{1}0]$ são similares às fronteiras de grão CSL do tipo $\Sigma 2$ quando c/a é de 1 (0,9766 pode ser matematicamente arredondado para o valor inteiro referido) [5].

Estas fronteiras são estáveis nos sistemas WC-Co devido à baixa energia que apresentam. Graças a esta estabilidade, não são molhadas pelo Co durante a sinterização na presença de fase líquida [5].

1.2 Difração de Elétrões Retrodifundidos (EBSD)

A Difração de Elétrões Retrodifundidos (EBSD) é uma técnica de caracterização de materiais acoplada à microscopia eletrónica de varrimento (SEM). O seu princípio de funcionamento baseia-se na indexação ponto a ponto, por um feixe de elétrões, das diferentes orientações cristalográficas das unidades microestruturais presentes numa área pré-definida da superfície de uma amostra inclinada segundo um ângulo de 70°. Para a indexação dos mapas de EBSD utiliza-se a deteção dos elétrões retrodifundidos [6].

Os elétrões retrodifundidos emergem da superfície da amostra com uma energia elevada (superior a 50 eV) e embatem numa tela de fósforo onde são convertidos em luz, que é capturada por uma câmara CCD (*charged coupled device*) e transformada em imagem - o padrão de difração. A integração de todos os itens referidos está representada esquematicamente na Figura 3. O resultado é a produção de mapas com informação acerca da orientação cristalográfica da amostra, através dos quais é possível a caracterização do tamanho de grão, fases e localização de fronteiras de grão [7].

² Crescimento de grão alcançado através da eliminação da fronteira entre dois grãos, e não pela deposição de novos átomos na superfície dos grãos.

³ As fronteiras CSL são especiais pois possuem uma fração de átomos no plano em que estão inseridas comuns a ambas as malhas que separa. O valor de Σ indica a fração de átomos coincidentes, isto é, numa fronteira $\Sigma 2$, um em cada dois átomos são partilhados por ambas as malhas.

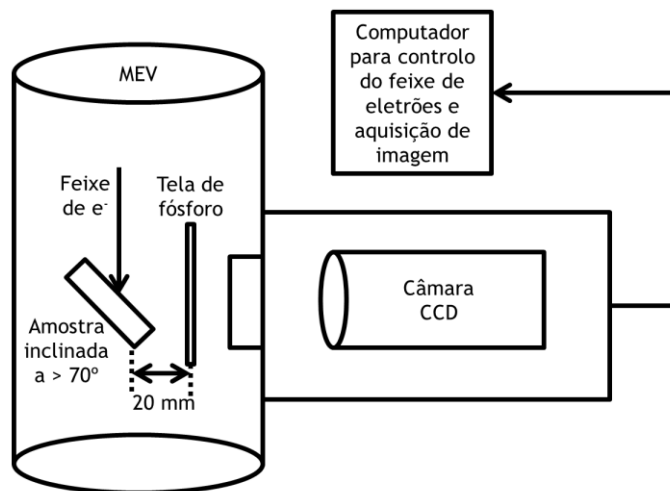


Figura 3: Representação esquemática do funcionamento de um sistema EBSD.

1.2.1 Interpretação dos padrões

Em EBSD, os eletrões retrodifundidos, que resultam de interações que satisfazem a equação de Bragg (equação (1)), irão embater numa tela de fósforo, originando uma imagem - o padrão de Kikuchi. As características deste padrão dependem da estrutura cristalina e da orientação da região da amostra a partir da qual foi gerado [6].

$$\lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta_B \quad (1)$$

onde “ d_{hkl} ” representa a distância interplanar, “ λ ” o comprimento de onda e “ θ_B ” o ângulo de Bragg.

O padrão de Kikuchi é formado por um conjunto de bandas de Kikuchi. A aparência destas bandas representa a projeção da malha. Deste modo, cada banda de Kikuchi pode ser indexada pelos índices de Miller do plano de difração que lhe deu origem. As interseções entre as bandas representam a direção comum partilhada por vários planos cristalográficos quando estes se interseitam (eixos de zonas) [8].

A medição das orientações é feita automaticamente. A fim de possibilitar que o computador seja capaz de detetar as bandas, utiliza-se a transformada de Hough que transforma as coordenadas do plano de difração (Figura 4 (a)) em coordenadas do espaço de Hough (Figura 4 (b)). Mais especificamente, esta técnica é responsável pela transformação de linhas em pontos no espaço de Hough (Figura 4 (c) e (d)). Assim, as bandas de Kikuchi são transformadas em regiões claras no espaço de Hough (picos) que são facilmente detetadas pelo computador e utilizadas para calcular as posições originais das bandas, tal como representado na Figura 4 (e) [9].

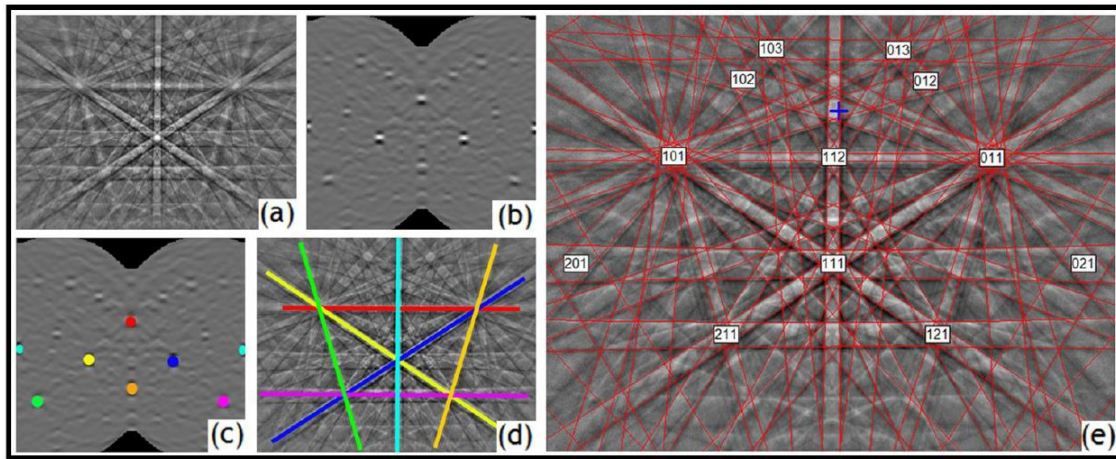


Figura 4: Determinação das direções cristalográficas presentes num padrão de Kikuchi de uma amostra de silício. (a) Padrão de Kikuchi inicial; (b) Transformada de Hough aplicada ao padrão; (c) Picos da transformada de Hough devidamente identificados e coloridos; (d) Linhas do padrão de difração original correspondentes aos picos encontrados a partir da transformada de Hough; (e) Padrão de difração indexado [9].

1.2.2 Análise OIM

OIM, acrónimo de *Orientation Imaging Microscopy*, referencia a obtenção de mapas com base na orientação cristalográfica do material a estudar. Em Ciência dos Materiais, a análise OIM é uma ferramenta muito poderosa visto que torna a análise mais eficiente e eficaz, retirando a subjetividade associada à microscopia ótica e eletrónica de varrimento. O posicionamento exato das fronteiras de grão durante o estudo do tamanho de grão de um dado material constitui um exemplo em que esta técnica é superior [7].

1.2.2.1 Análise do tamanho de grão

As propriedades do metal duro são dependentes do tamanho de grão do WC. Deste modo, é obrigatório que a medição deste parâmetro apresente resultados que sejam reprodutíveis. Tal reprodutibilidade torna a diferenciação entre graus viável [7].

Contudo, antes de se compreender os conceitos relacionados com a análise do tamanho de grão, deve-se ter em atenção que a definição de um grão associada à análise OIM é diferente da apresentada em metalografia convencional. Mais especificamente, um grão, segundo a análise OIM, é formado por um algoritmo que agrupa um conjunto de pontos, ou pixels, adjacentes indexados segundo a mesma orientação; ou seja, para cada ponto indexado, faz-se um processo de verificação da desorientação relativa dos seus vizinhos com o intuito de saber se esta é inferior ao ângulo de tolerância mínimo definido pelo utilizador [10].

Subordinado ao tamanho de grão está um dos parâmetros mais importantes a definir aquando da aquisição dos mapas em EBSD, o *step size*. É este parâmetro que estabelece a

acuidade dos resultados obtidos assim como o tempo necessário para a sua recolha. De modo a minimizar esse tempo de recolha, o *step size* deve ser o maior valor possível a partir do qual são obtidos dados suscetíveis de serem analisados. Desta forma, é natural que sejam utilizados valores mais elevados para os graus de metal duro que apresentam um maior tamanho de grão médio. Contudo, nos casos em que se pretende determinar igualmente o tamanho médio de grão do ligante, o *step size* deverá ser ajustado ao tamanho de grão desta fase pois, caso contrário, correr-se-á o risco de não a poder indexar [7].

I.2.2.1.1 Distribuição do tamanho de grão

A distribuição do tamanho de grão é apresentada em gráficos 2D. No eixo das abcissas é representado o diâmetro equivalente do grão (μm) em escala logarítmica, considerando tratar-se de círculos perfeitos. Por sua vez, no eixo das ordenadas pode ser apresentada a fração numérica ou de área, cujas fórmulas estão apresentadas nas equações 2 e 3, respetivamente [11].

$$F_i = \frac{N_i}{N} \quad (2)$$

$$F_i = \frac{A_i}{A} \quad (3)$$

em que “ N_i ” e “ A_i ” representam o número e área total dos grãos até o “enésimo” grão, e “ N ” e “ A ” o número e área total dos grãos, respetivamente.

O valor do tamanho médio de grão será maior, devido à influência dos grãos de maior superfície, se, no eixo das ordenadas do gráfico da distribuição do tamanho de grão, for representada a fração de área em vez da numérica [11].

Para a elaboração correta desses gráficos, é importante refletir acerca da definição do número de classes a associar. Uma classe é definida como um sub-intervalo pertencente a uma dada distribuição. Se o número de classes escolhido for elevado, o gráfico apresentará demasiado detalhe, enquanto, se este número for baixo, será suplantada informação da distribuição real. Logo, impõe-se a necessidade de estimar um valor “ótimo” para o parâmetro suprarreferido [12]. Neste contexto, D. W. Scott [13] propõe a fórmula presente na equação (4) para o cálculo do tamanho das classes.

$$h = 3,49\sigma n^{-1/3} \quad (4)$$

onde “ h ” é o tamanho da classe, “ σ ” o desvio padrão definido e “ n ” o número de dados disponíveis.

I.3 Ruído dos mapas EBSD

A existência de ruído deve-se essencialmente a [7]:

- Preparação deficiente da amostra para observação em EBSD;
- Sobreposição de padrões de dois grãos diferentes em interfaces WC/WC;
- Qualidade deficiente dos padrões nos vértices dos grãos de WC;
- Existência de uma fina camada de ligante não resolvida entre os grãos de WC.

Um mapa EBSD pode apresentar ruído na forma de pontos que não foram indexados, ou na forma de pequenos conjuntos de pixéis adjacentes indexados segundo a mesma orientação cristalográfica que não correspondem a grãos reais [7].

Como uma quantidade elevada de ruído num mapa de uma amostra de metal duro pode conduzir a um erro no cálculo do tamanho de grão do WC, deve-se proceder à execução de uma rotina de redução de ruído [7].

I.3.1 Rotina de redução de ruído

Uma rotina de redução de ruído é composta essencialmente por duas etapas: a definição do tamanho mínimo de grão em número de pixéis, e um processo de expansão [7].

O tamanho mínimo de grão é definido como o número mínimo de pontos adjacentes, indexados segundo a mesma orientação, a partir do qual o programa de análise considera como um grão. Este é um valor atribuído pelo utilizador. Segundo Mingard, *et al.* [7] na determinação do tamanho mínimo de grão deve-se considerar o gráfico que expõe a fração numérica⁴ em função do tamanho de grão em pixéis, representado esquematicamente na Figura 5. Em alguns casos, o gráfico referido apresenta um mínimo que facilita a escolha do tamanho mínimo de grão. Esta análise, contudo, deve ser complementada com a dos mapas obtidos.

⁴ Se no eixo das ordenadas fosse representada a fração de área, não seria possível tirar conclusões a partir do gráfico pois, através da sua configuração, não seria possível diferenciar os pequenos aglomerados de pontos que não correspondem a grãos reais.

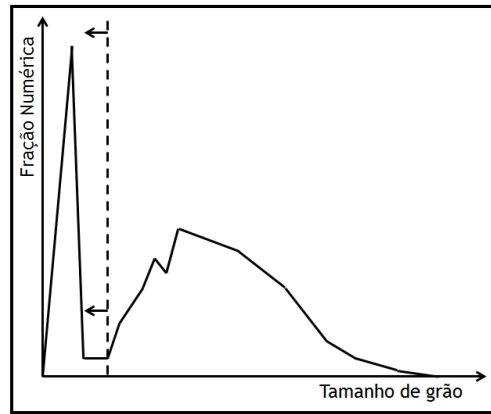


Figura 5: Gráfico da fração numérica do número de grãos, em função do tamanho de grão em pixels (Adaptado de [11]).

Contudo, tal como representado na Figura 6 (b), após este passo, remanescem no mapa muitos pontos em branco que não são considerados na análise OIM. Existem também pontos que não foram indexados (representados a preto) devido à inexistência de soluções compatíveis. A eliminação de ambos é efetuada através de um processo iterativo de expansão [7]. Neste contexto F. Josefsson [11] considera que, a fim de não alterar os dados originais, deve-se evitar modificar mais de 10 % dos pontos do mapa.

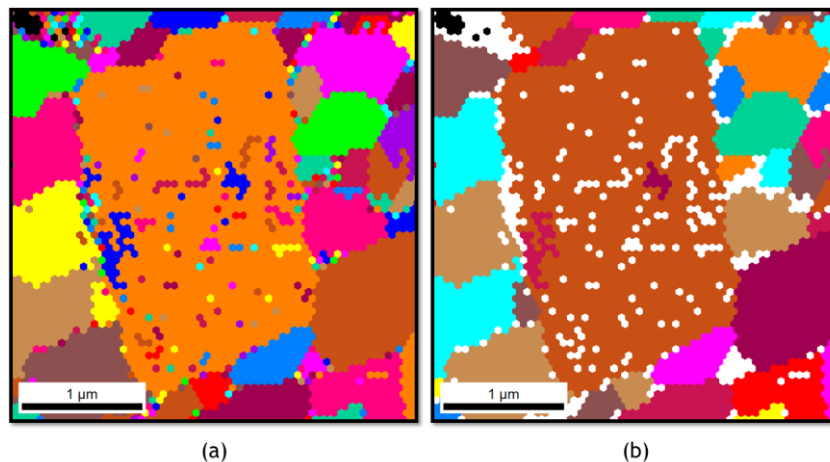


Figura 6: Mapa EBSD de uma amostra de metal duro (a) antes e (b) depois da imposição do tamanho mínimo de grão em pixels.

I.4 Qualidade e fiabilidade dos mapas

A qualidade dos mapas obtidos em EBSD depende, principalmente, das:

- Características do material a analisar;
- Preparação das amostras;
- Condições de observação em microscopia.

A qualidade de um mapa EBSD é, essencialmente, estabelecida através do parâmetro da qualidade de imagem (IQ). Por outro lado, para o estudo da fiabilidade dos resultados obtidos, utiliza-se o índice de confiança (CI) e o parâmetro de ajustamento (FIT).

I.4.1 Parâmetro de qualidade da imagem (IQ)

Este parâmetro descreve a qualidade do padrão de difração. É dependente do tipo de material e da qualidade do seu acabamento para observação, dos parâmetros fixados para a indexação dos padrões, e do processamento do vídeo [5].

A perfeição da malha cristalina no volume de difração é um fator de elevada influência na qualidade dos padrões de difração. Desta forma, quaisquer distorções da malha no volume de difração produzirão padrões de qualidade inferior [14].

O valor deste parâmetro é dado pela soma dos picos da transformada de Hough. Assim, todos os parâmetros que afetam o cálculo desta transformada, tais como a deformação da malha e as condições de operação do microscópio, irão afetar o valor de IQ [15].

I.4.2 Índice de Confiança (CI)

O índice de confiança indica a fiabilidade da indexação dos padrões. O seu valor é dado pela equação 5:

$$CI = (V_1 - V_2)/V_{IDEAL} \quad (5)$$

onde “ V_1 ” e “ V_2 ” são os números de votos para a primeira e segunda soluções, respetivamente, e “ V_{IDEAL} ” é o número total de votos possíveis para as bandas detetadas no padrão de difração.

O valor de CI varia entre 0 e 1 (exceto quando se trata de um ponto não indexado onde o valor atribuído a este índice será -1). Contudo, este mesmo índice pode ser mal interpretado uma vez que um CI igual a 0 é atingido quando V_1 é igual a V_2 , não querendo isto dizer que o padrão esteja mal indexado [16].

Os pontos com CI superior a 0,1 estão indexados corretamente 95 % das vezes, de acordo com um estudo da fiabilidade dos dados obtidos a partir da indexação dos mapas de uma amostra de alumínio policristalino (estrutura cúbica de faces centradas). A variação de tal probabilidade com o índice de confiança está representada no gráfico da Figura 7 [16].

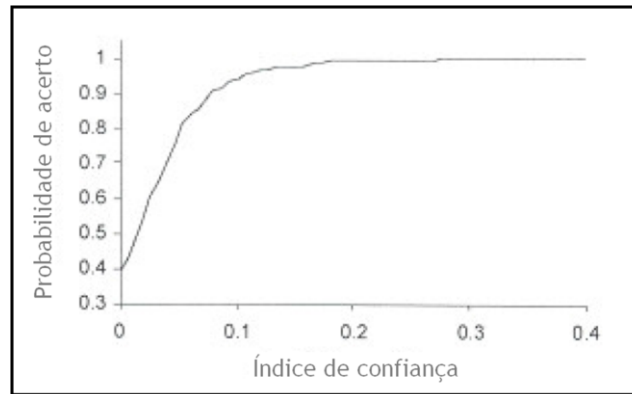


Figura 7: Probabilidade de acerto da solução indexada em função do índice de confiança para o caso do alumínio policristalino (Adaptado de [16]).

I.4.3 Parâmetro de ajustamento (FIT)

O parâmetro de ajustamento indica, para uma dada orientação que foi indexada a partir de um padrão, o grau de desfasamento entre as posições das bandas detetadas e das teoricamente recalculadas com base no esquema de votos. Este parâmetro também fornece uma indicação acerca da fiabilidade da indexação dos padrões, tal como o índice de confiança. O resultado é expresso em graus por ser um desvio angular médio [16].

II. Desenvolvimento do método de trabalho

Nesta secção irão ser explanados os passos em que assentou o desenvolvimento da metodologia utilizada na análise do tamanho de grão do WC no metal duro. Para isto serão utilizados alguns conceitos já esclarecidos na secção Revisão Bibliográfica.

Estudaram-se três graus de metal duro produzidos pela DURIT - Metalurgia Portuguesa de Tungsténio, L.^{da}; a sua caracterização é apresentada na Tabela 1⁵.

Tabela 1: Composição química e tamanho de grão dos diferentes graus de metal duro analisados.

Amostra	Tamanho de grão WC (μm)	Co (%)	Ni (%)	Cr (%)
GD05	1,2	5,5	----	----
GDX*	----	----	----	----
GD08NC	0,8	----	8,0	1,0

* Não foi fornecida qualquer informação sobre o tamanho de grão e a composição química do grau GDX.

II.1 Preparação das amostras

Um dos objetivos da presente investigação passa pelo desenvolvimento de uma técnica de preparação de amostras para EBSD que seja expedita, de elevada reprodutibilidade, e com influência marcante na qualidade dos mapas.

Em EBSD é imprescindível a obtenção de uma superfície isenta de deformação. Esta condição impõe-se pois a profundidade do sinal, por ser da ordem das poucas dezenas de nanómetros, é sensível aos níveis de deformação da malha. Logo, uma preparação deficiente influenciará negativamente a qualidade dos padrões obtidos e a respetiva análise [14].

Procurou-se perceber quais as principais técnicas de preparação de amostras para EBSD. Realizou-se um levantamento bibliográfico que se procura sintetizar na Tabela 2.

⁵ Os tamanhos de grão apresentados na Tabela 1 foram calculados através da técnica de interseção linear (TIL).

Tabela 2: Levantamento bibliográfico das principais técnicas de preparação de amostras para posterior observação em EBSD.

Referência	Material a examinar	Método de preparação utilizado
Katrakova, D. e F. Mücklich. (2001) [14]	Metais e intermetálicos	<ul style="list-style-type: none"> • Preparação mecânica + Acabamento com sílica coloidal; • Polimento eletrolítico; • Polimento iônico.
Mingard, K.P., <i>et al.</i> (2009) [7]	WC-Co	<ul style="list-style-type: none"> • Preparação mecânica+ Acabamento com sílica coloidal.
Mingard, K.P., <i>et al.</i> (2010) [17]	WC-Co	<ul style="list-style-type: none"> • Preparação mecânica+ Acabamento com sílica coloidal + Polimento iônico; • Preparação mecânica + Polimento iônico + Ataque químico.

Segundo os dados apresentados na Tabela 2, as técnicas mais utilizadas na preparação de amostras de metal duro para EBSD são o polimento mecânico⁶, com acabamento com sílica coloidal⁷, e o polimento iônico. Logo, optou-se por desenvolver duas rotinas de preparação de modo a poder comparar os resultados de ambas.

II.1.1 Preparação mecânica

Na preparação mecânica de amostras destacam-se três etapas sequenciais: desbaste, acabamento com suspensão de diamante ou alumina e acabamento com sílica coloidal [14]. A qualidade dos padrões de Kikuchi obtidos por EBSD é reforçada à medida que o processo de preparação avança [18].

O principal desafio associado à utilização desta técnica de preparação para as amostras de metal duro assenta no contraste entre a elevada dureza associada às partículas de WC e a elevada ductilidade do ligante. Esta discrepância entre características conduz, face às pressões tradicionalmente utilizadas, ao arrancamento das partículas mais duras [19].

A norma ASTM B 665 [20] refere os passos da preparação metalográfica de amostras de metal duro; as suas especificações encontram-se resumidas na Tabela 3.

⁶ Entende-se por preparação por polimento mecânico aquela que envolve as etapas sequenciais de amostragem, corte, desbaste e acabamento.

⁷ A partir deste ponto, a rotina de preparação por polimento mecânico, com acabamento com sílica coloidal, passará a ser designada apenas por preparação mecânica.

Tabela 3: Especificações da preparação metalográfica de amostras de metal duro [20].

Desbaste	<ul style="list-style-type: none"> • Em mós diamantadas com velocidade de rotação de 25 a 28 m/s; • A profundidade máxima dos riscos deixados pelos discos deve ser de 13 μm.
Acabamento	<ul style="list-style-type: none"> • O acabamento deve ser realizado em três etapas sequenciais, recorrendo-se a suspensões de diamante de granulometria progressivamente decrescente; • O acabamento pode ser efetuado em base de papel fotográfico ou tecido.

A etapa mais importante desta preparação é o acabamento com sílica coloidal, em que se verifica a remoção da camada deformada da malha (sob a superfície, e por isso não visível em microscopia ótica) que a etapa de acabamento com abrasivos de diamante com granulometria superior foi incapaz de remover [14].

Os parâmetros estabelecidos para a preparação das amostras por polimento mecânico são apresentados na secção III.1.1.

II.1.2 Polimento iónico

Entende-se por polimento iónico a remoção de átomos da superfície de uma amostra mediante o seu bombardeamento por iões acelerados. É considerado, numa escala micromecânica, um processo mecânico análogo à granalhagem. Não se registam reações químicas uma vez que são utilizados gases inertes, como o árgon, numa câmara sob baixa pressão [21].

São parâmetros a controlar nesta técnica: a energia do feixe, o ângulo entre o canhão de iões e a amostra, a velocidade de rotação da amostra e o tempo de operação. Se a energia do feixe for demasiado elevada, alguns iões podem ficar aprisionados à superfície, conduzindo à formação de uma camada amorfa e, consequentemente, à deterioração da qualidade dos padrões [22].

Por este motivo, aconselha-se a utilização do menor ângulo possível entre o feixe e a amostra, assim como baixos valores de corrente e tensão [14, 22].

Os parâmetros estabelecidos para a preparação das amostras por polimento iónico são apresentados na secção III.1.2.

II.2 Rotina de redução de ruído

Como referido na secção I.3.1, é fundamental elaborar uma rotina de redução do ruído dos mapas indexados por EBSD. O primeiro passo implica a definição do tamanho mínimo de grão em pixéis. Para este fim, aconselha-se a consulta do gráfico da fração numérica de pontos em função do tamanho de grão em pixéis.

Desta forma, os pequenos aglomerados de pontos considerados como ruído, são excluídos da análise, passando automaticamente para a cor branca no mapa EBSD. A posterior expansão dos grãos de tamanho superior ao do grão mínimo definido permitirá a obtenção de um mapa mais consentâneo com a realidade.

Para a redução de ruído:

- É permitido delimitar a área de análise do mapa, se necessário, desde que sejam examinados mais de 200 grãos [23];
- Deve-se evitar alterar mais de 10 % do número total de pixéis do mapa, de modo a não modificar os dados originais [11].

II.3 Análise da qualidade e fiabilidade dos mapas

A qualidade dos mapas EBSD vai ser estudada através do parâmetro da qualidade de imagem enquanto a fiabilidade das soluções indexadas será estudada através do índice de confiança e parâmetro de ajustamento.

O método experimental desenvolvido por Kumar, *et al.* [5] aplica o processo de padronização do CI. O objetivo desta técnica assenta na alteração do valor do índice de confiança de todos os pontos de um grão de forma a que estes sejam coincidentes com o índice de maior valor dentro do mesmo grão. Este procedimento é aconselhável pois todos os pontos dentro de um grão possuem a mesma orientação. O mesmo conceito é aplicável ao parâmetro de ajustamento (FIT).

É ainda possível excluir da análise OIM os pontos que apresentam um índice de confiança inferior a um valor pré-definido pelo utilizador. Por exemplo, Kumar, *et al.* [5], no seu trabalho, não consideram os pontos com índice de confiança inferior a 0,1. O mesmo conceito é aplicável ao parâmetro de ajustamento.

II.4 Análise do tamanho de grão

Segundo Josefsson [11], para a representação do tamanho de grão deve-se considerar o diâmetro de um círculo perfeito com a mesma área desta unidade microestrutural (ECD - *equivalent circle diameter*).

No estudo empreendido, foram excluídos da análise os grãos que intersectam as margens dos mapas uma vez que a sua área não está completamente representada. Considerou-se que os grãos seriam limitados por fronteiras com uma desorientação mínima igual a 5°.

Como a EBSD é uma técnica que se baseia na orientação cristalográfica para proceder à indexação de mapas, é possível identificar as fronteiras de grão $\Sigma 2$, assim como determinar o seu comprimento total. Contudo, tais fronteiras de baixa energia devem ser excluídas da análise, se for objetivo da investigação a comparação do tamanho de grão calculado recorrendo-se a EBSD com o obtido através da técnica de intersecção linear⁸ (TIL).

Dever-se-á proceder à consulta dos gráficos da fração numérica dos grãos pois os grãos de menor dimensão do mapa também terão influência nas propriedades [24].

⁸ Técnica normalizada na qual o tamanho de grão do WC no metal duro é determinado manualmente a partir de imagens de microscopia ótica ou eletrónica de varrimento.

III. Método experimental

Para o método experimental definiram-se os passos apresentados no fluxograma da Figura 8, de acordo com o que foi exposto na secção do Desenvolvimento do Método de Trabalho.

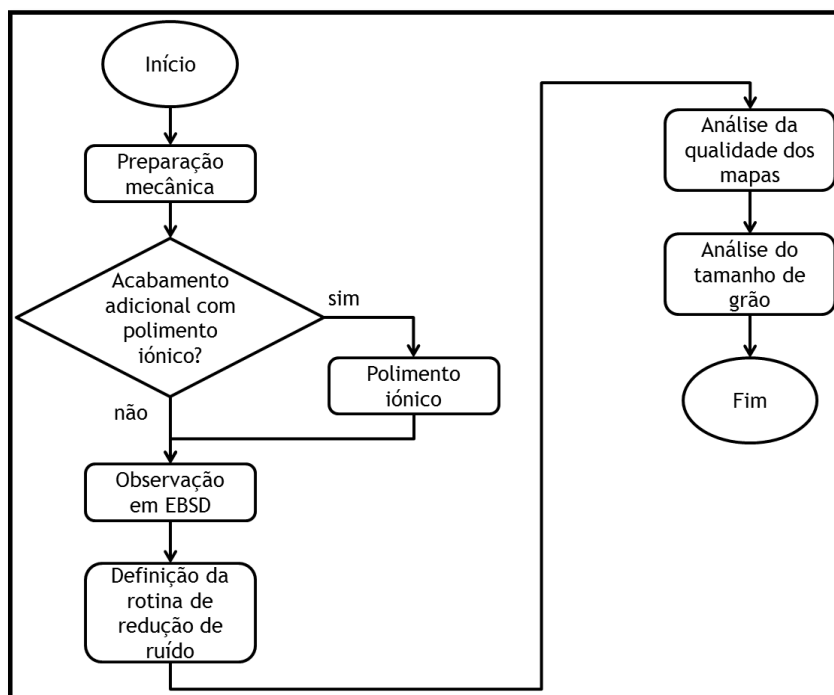


Figura 8: Fluxograma do método experimental utilizado no presente trabalho.

Em qualquer técnica de análise metalográfica, recomenda-se a análise de mais que uma área da amostra de modo a aumentar a fiabilidade dos resultados. Contudo, no presente trabalho, por questões económicas associadas ao tempo de indexação dos mapas em EBSD, optou-se por utilizar apenas um mapa por amostra.

III.1 Preparação das amostras

III.1.1 Preparação mecânica

A rotina de preparação por polimento mecânico está representada no fluxograma da Figura 9.

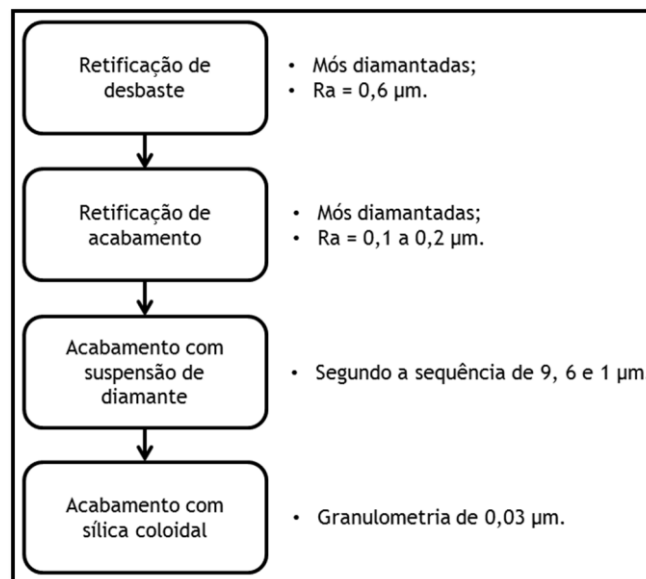


Figura 9: Fluxograma das etapas da rotina de polimento mecânico.

Tal como representado no fluxograma da Figura 9, as duas primeiras etapas do polimento mecânico são a retificação de desbaste e o acabamento em mós diamantadas. A primeira etapa resulta numa superfície de rugosidade média aproximadamente igual a 0,6 µm, enquanto que, para a segunda fase, esse parâmetro está situado entre 0,1 e 0,2 µm.

O primeiro passo do acabamento com suspensão de diamante foi efetuado em base de papel fotográfico com abrasivos de granulometria de 9 µm. Por outro lado, as etapas de acabamento com os abrasivos de granulometria igual a 6 e 1 µm, foram efetuadas em base de tecido, utilizando uma rotação de 150 rpm e força de 50 N durante aproximadamente 15 minutos cada. A última etapa a realizar foi o acabamento com uma suspensão básica de sílica coloidal de granulometria igual a 0,03 µm, durante um período de 5 minutos.

III.1.2 Polimento iónico

O equipamento utilizado para a realização do polimento iónico foi o *Leica EM RES 102*, representado na Figura 10, gentilmente disponibilizado pela NANIUM SA. Este equipamento utiliza, simultaneamente, dois canhões de iões de árgon para o polimento.



Figura 10: Equipamento utilizado para o polimento iónico⁹.

Foram utilizadas duas rotinas de polimento iónico: RPI (I) e RPI (II); os respetivos parâmetros são apresentados na Tabela 4.

Tabela 4: Parâmetros utilizados na realização do polimento iónico.

Rotina de polimento iónico	RPI (I)			RPI (II)
	Etapa 1	Etapa 2	Etapa 3	
Corrente (mA)	2,0	1,0	0,6	0,2
Tensão (kV)	6,0	5,0	4,0	3,0
Ângulo (°)	2,0	1,0	0,2	0,5
Rotação da amostra (rpm)	1,5	1,5	1,5	1,5
Tempo (horas)	4,0	1,5	0,75	4,0

O desenvolvimento da rotina RPI (I) assentou na definição de três etapas com corrente, tensão, ângulo e tempo decrescentes. Por outro lado, na definição da rotina RPI (II) procurou-se estabelecer o valor mais baixo possível para a tensão. Se esta for muito elevada, a superfície resultante será irregular a nível topográfico uma vez que a aceleração dos iões é controlada pela tensão. Neste contexto, a corrente foi definida, de modo a que a energia resultante fosse a menor possível capaz de sustentar o plasma criado.

III.2 Observação em EBSD

Na observação das amostras por EBSD utilizou-se o microscópio eletrónico de varrimento de marca FEI QuantaFEG ESEM, ao qual foi acoplado o sistema EBSD de marca EDAX Genesis X4M. Ambos os equipamentos pertencem ao CEMUP - Centro de Materiais da Universidade do Porto. Para recolha dos padrões e construção dos mapas utilizou-se o programa TSL OIM

⁹ Cortesia da Leica Microsystems.

Data Collection 5[®]. Numa posterior análise dos mapas recorreu-se ao programa TSL OIM Analysis 5[®].

As condições de operação do microscópio eletrónico de varrimento, assim como do sistema EBSD são apresentadas na Tabela 5.

Tabela 5: Condições operacionais utilizadas na observação das amostras em EBSD.

Amostra		GD05	GDX	GD08NC
SEM	Ampliação	X4500	X3000	X7500
	Pressão	Baixo vácuo (20 Pa)		
	Distância de trabalho (mm)	12,4		
EBSD	Binning	4x4	4x4	4x4
	Step Size (μm)	0,06	0,09	0,04
	Δx (μm)	40,00	60,00	25,00
	Δy (μm)	40,00	60,00	25,00
	Grelha	Hexagonal		
	Tempo de exposição (s)	0,05		

III.3 Rotina de redução do ruído

Com base na secção II.2 desta dissertação, elaborou-se a rotina de redução de ruído representada no fluxograma da Figura 11.

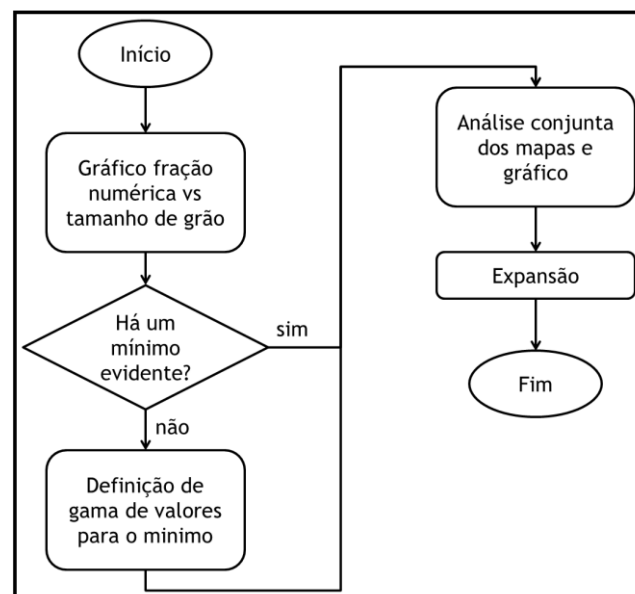


Figura 11: Fluxograma da rotina de redução de ruído dos mapas EBSD.

III.4 Análise da qualidade e fiabilidade dos mapas

Os índices examinados na análise da qualidade dos mapas estão referenciados na secção I.4.

III.4.1 Análise do índice de confiança

A análise do índice de confiança foi realizada de acordo com o fluxograma exposto na Figura 12.

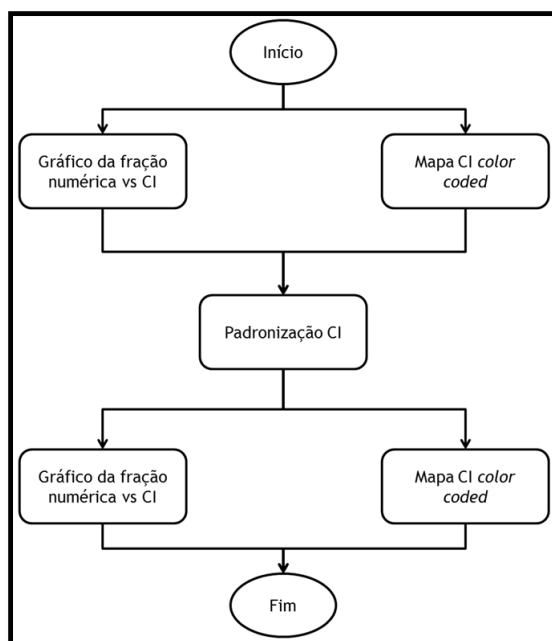


Figura 12: Fluxograma dos passos estabelecidos para a análise do índice de confiança.

O primeiro passo é a obtenção de um mapa da fração numérica do número de pixéis em função do índice de confiança. Esta análise permite conhecer se existe uma elevada quantidade de pontos com valor de CI próximo de 1 ou 0. Este estudo pode ser complementado com a observação dos mapas representativos da disposição deste índice.

A próxima etapa é a execução da padronização do CI. Este passo irá influenciar a configuração da distribuição apresentada no gráfico da fração numérica do número de pontos em função do índice de confiança.

Esta observação gráfica pode culminar, caso se revele pertinente, na exclusão da análise de todos os pontos cujo valor de CI seja inferior a um mínimo previamente estabelecido pelo utilizador.

III.4.2 Análise do parâmetro de ajustamento

A análise do parâmetro de ajustamento (FIT) foi realizada de acordo com o fluxograma apresentado na Figura 13. Neste caso, a análise centrar-se-á no valor médio deste parâmetro e no seu desvio padrão. De modo análogo ao que se verificou na análise do índice de confiança, é possível não considerar os pontos com valores de FIT superiores a um máximo estabelecido. Para este trabalho considerou-se um limite máximo de 2° .

Este estudo pode ser complementado com a observação dos mapas representativos da disposição deste parâmetro.

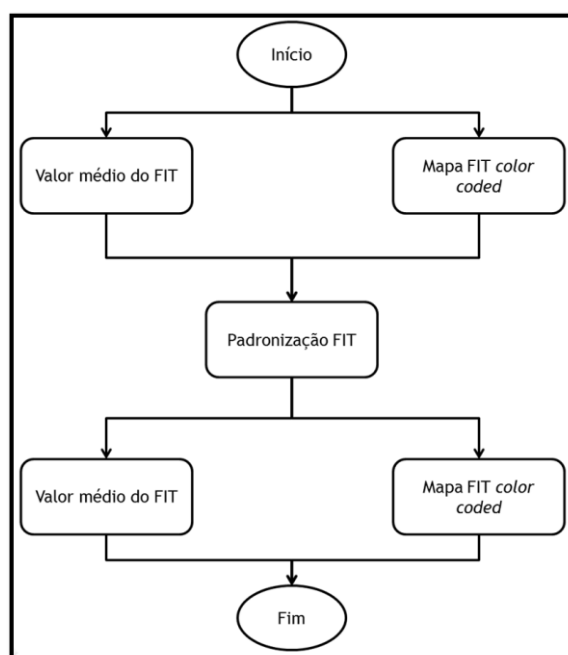


Figura 13: Fluxograma dos passos estabelecidos para a análise do parâmetro de ajustamento.

III.4.3 Parâmetro da qualidade da imagem

O IQ é utilizado na avaliação da qualidade do padrão de difração. Utilizaram-se nesta análise os mapas da distribuição deste parâmetro em escala de cinzento e a cores, assim como os valores médios deste índice inerentes aos diferentes mapas e respetivos desvios padrão.

III.5 Análise das fronteiras de grão $\Sigma 2$

Utilizou-se a função *Axis angle* do TSL OIM Analysis 5[®] para destacar num mapa IQ as fronteiras de grão com uma rotação de 90° relativamente à direção $[10\bar{1}0]$. Foi calculada a fração do comprimento destas fronteiras, relativamente ao comprimento total das que apresentavam uma desorientação superior a 5° .

III.6 Análise do tamanho de grão

O primeiro passo é a utilização da equação 4 para determinar o número de classes a representar no histograma da distribuição do tamanho de grão. Depois, elabora-se o gráfico da fração de área dos grãos em função do seu diâmetro (μm) em escala logarítmica.

É importante investigar a distribuição do tamanho de grão visto que, na sinterização, pode ocorrer, um crescimento anormal de grão resultante da diminuição de energia do sistema; este crescimento deve ser evitado.

Examinou-se a influência da presença das fronteiras de grão com 90° de rotação relativamente à direção $[10\bar{1}0]$ no tamanho de grão obtido.

IV. Resultados

Nesta secção serão apresentados, para as técnicas de preparação abordadas, os resultados da análise da qualidade dos mapas e da distribuição do tamanho de grão dos diferentes graus estudados.

IV.1 Redução de ruído

As diferentes rotinas de redução de ruído utilizadas para cada um dos mapas analisados são apresentadas no Anexo A.

Entretanto, será oportuno consultar a Tabela 6 de modo a conhecer a fração de pontos não indexados em cada um dos mapas.

Tabela 6: Fração de pontos indexados para cada um dos mapas obtidos.

Amostra	GD05			GDx		GD08NC
Polimento	Mecânico	Iónico RPI (I)	Iónico RPI (II)	Mecânico	Iónico RPI (I)	Mecânico
Total de pontos	513205	513205	513205	513205	513205	451611
Total de pontos indexados	513042	505881	513205	499533	498507	436981
Fração de pontos indexados (%)	99,9	98,6	100	97,3	97,1	96,7

IV.2 Estudo dos mapas das amostras preparadas mecanicamente

Nesta secção estudar-se-ão os mapas obtidos a partir das amostras preparadas somente segundo a rotina de polimento mecânico.

IV.2.1 Análise da qualidade e fiabilidade dos mapas

A qualidade dos mapas indexados a partir das amostras preparadas mecanicamente foi avaliada segundo o parâmetro de qualidade da imagem (IQ). A fiabilidade dos dados indexados foi avaliada segundo o índice de confiança (CI) e o parâmetro de ajustamento (FIT).

Os valores médios destes índices, para cada um dos mapas obtidos, são apresentados na Tabela 7.

Tabela 7: Valores médios dos parâmetros utilizados na análise da qualidade e fiabilidade dos mapas indexados a partir das amostras preparadas mecanicamente.

Amostra	GD05	GDX	GD08NC
IQ	3040 ± 974	2550 ± 900	2352 ± 816
CI*	0,42 ± 0,29	0,19 ± 0,17	0,17 ± 0,17
FIT (°)	1,29 ± 0,37	1,52 ± 0,34	1,61 ± 0,34

*Os valores do índice de confiança devem ser analisados em conjunto com os gráficos da Figura 18.

IV.2.1.1 Análise do parâmetro da qualidade de imagem

Os mapas IQ, em escala de cinzento, das amostras preparadas mecanicamente são apresentados na Figura 14.

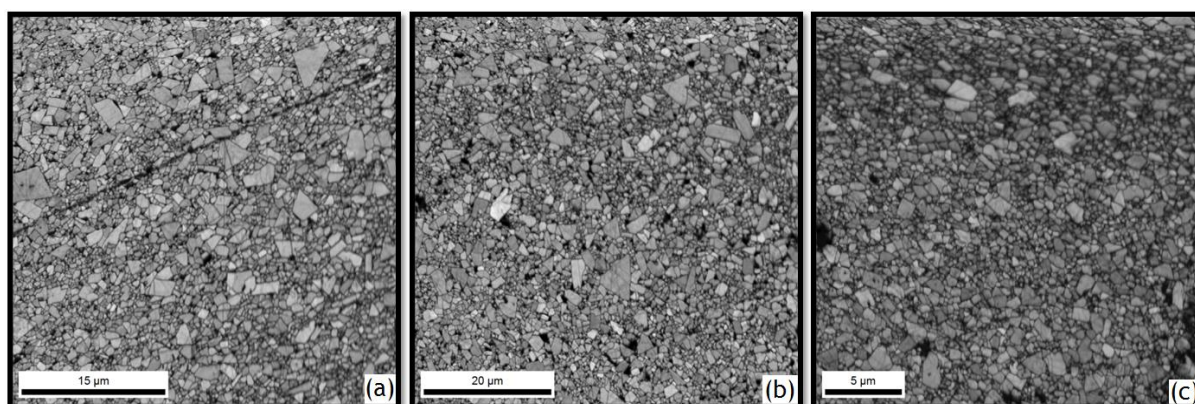


Figura 14: Mapas IQ das amostras (a) GD05, (b) GDX e (c) GD08NC preparadas mecanicamente.

Nos mapas apresentados na Figura 14 salienta-se a existência de zonas escuras que representam as fronteiras de grão, as deformações na malha (evidenciadas sob a forma de um risco na Figura 14 (a)) e as áreas onde se encontrava a fase ligante dúctil, que foi removida durante o polimento mecânico. Nestas regiões, os padrões de Kikuchi são mais difusos, resultando num menor valor de IQ. Por isso, aparecerão como regiões mais escuras no mapa IQ final (ver, como complemento, os mapas IQ do Anexo B).

As deformações na malha são evidentes no mapa da amostra GD05 (Figura 14 (a)). Segundo Voort e Geertruyden [25], a probabilidade de ocorrência destes problemas pode ser reduzida, em materiais de estrutura hexagonal compacta, se a amostra for inspecionada, previamente à análise por EBSD, em microscopia ótica de luz polarizada. Neste sentido, é recomendável vir a incluir este procedimento no fluxograma relativo à preparação de amostras da Figura 8.

Por outro lado, não foi detetada nenhuma deformação na superfície das amostras nas imagens em SEM presentes na Figura 15. Estas imagens foram obtidas no modo de funcionamento por deteção dos eletrões secundários. As áreas representadas são

exatamente as mesmas indexadas nos respectivos mapas IQ da Figura 14. Desta forma, assinala-se a maior sensibilidade do sinal da técnica EBSD relativamente à microscopia eletrónica de varrimento.

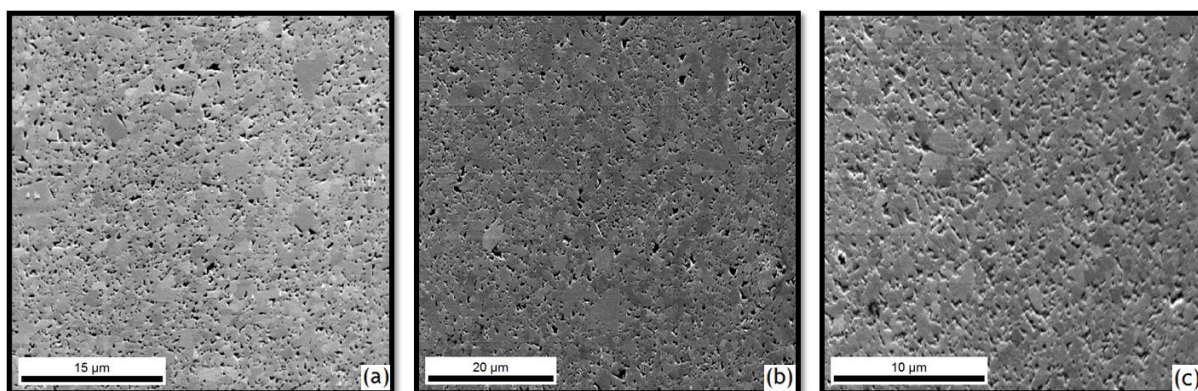


Figura 15: Imagens em SEM das amostras (a) GD05, (b) GDX e (c) GD08NC preparadas mecanicamente.

Apesar de apresentar zonas da malha com algum grau de deformação, a amostra GD05 é a que apresenta destacadamente, segundo os dados da Tabela 7, o valor médio mais elevado para o parâmetro da qualidade da imagem.

No mapa IQ da amostra GD08NC, patente na Figura 16 (a), destaca-se uma zona superior (delimitada pelo retângulo verde) que é responsável por reduzir o valor médio de IQ. Essa região, dado ter sido indexada a partir de padrões com um grau de difusidade maior ao do restante do mapa, pode ser excluída da análise.

O valor médio de IQ para a zona suprarreferida é 2230 ± 793 . É possível delimitar a zona de análise do mapa para analisar unicamente os pontos com maiores valores de IQ. Optou-se apenas por analisar a área do mapa inserida no retângulo verde representado na Figura 16 (b).

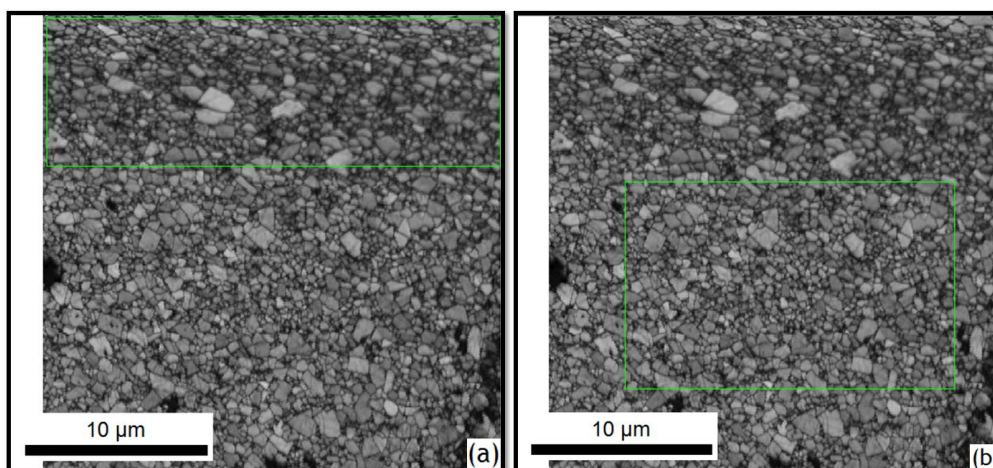


Figura 16: Delimitação da área de análise do mapa IQ da amostra GD08NC preparada mecanicamente.

Para a amostra GD08NC preparada mecanicamente, a redução de ruído e toda a restante análise incidiram no mapa da Figura 17.

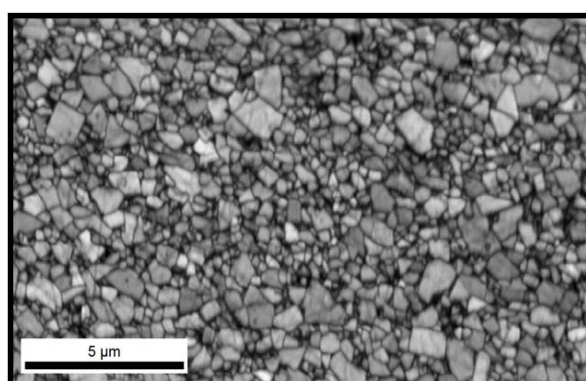


Figura 17: Área utilizada na análise do mapa IQ indexado a partir da amostra GD08NC preparada mecanicamente.

Desta forma os valores médios dos parâmetros utilizados para a avaliação da qualidade do mapa em questão foram alterados (ver Tabela 8).

Tabela 8: Valores médios dos parâmetros utilizados para avaliação da qualidade do mapa da amostra GD08NC.

IQ	FIT	CI
2439 ± 773	$1,59 \pm 0,35^\circ$	$0,17 \pm 0,17$

Como complemento a esta análise sugere-se a consulta dos mapas IQ a cores do Anexo B.

IV.2.1.2 Análise do índice de confiança

Os valores de CI apresentados nas Tabela 7 e 8 devem ser analisados em conjunto com o gráfico da Figura 18.

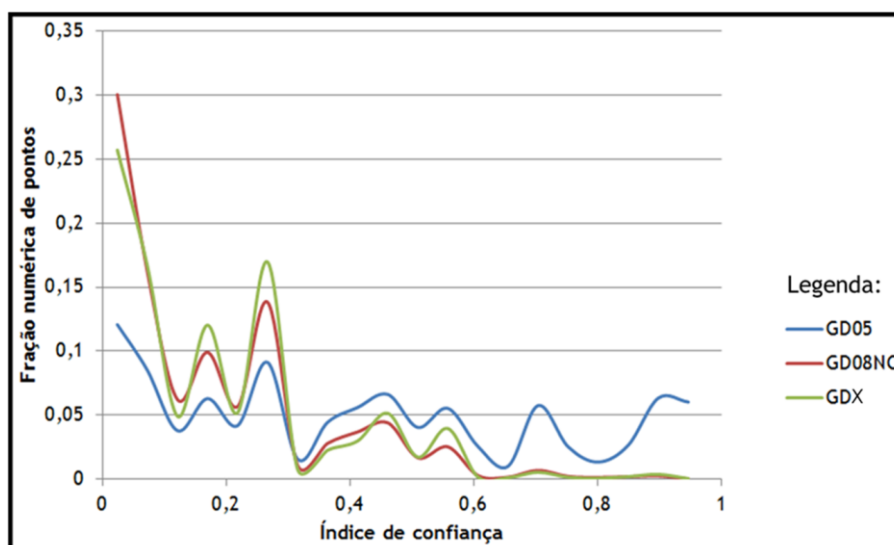


Figura 18: Gráfico da fração de pontos em função do índice de confiança dos mapas das amostras preparadas por polimento mecânico.

Segundo o gráfico da Figura 18, pode-se concluir que a amostra GD05 é a que apresenta a maior fração numérica de pontos cujo índice de confiança está mais próximo de 1. Os valores médios de CI apresentados nas Tabelas 7 e 8 são o reflexo da configuração dos gráficos da Figura 18.

Entretanto, durante esta análise deve-se ter sempre presente que um ponto com valor de CI próximo de 0 não está invariavelmente mal indexado. Tal foi verificado para alguns pontos da amostra GDX e GD08NC dado o facto de estar associado a estes mapas um valor médio, para o índice em questão, coincidente ou muito próximo do desvio padrão (ver Tabelas 7 e 8). Esta análise apenas revela que o ângulo entre as bandas de Kikuchi pode ser associado a um maior número de soluções, resultando numa quantidade de votos similarmente repartida entre as diferentes opções.

Em todo caso não é completamente correto consignar um grão formado por pontos com diferentes valores para o índice de confiança. O mais correto passa, por isso, pela alteração do CI de alguns pontos pertencentes a um grão de modo a serem coincidentes com o maior valor deste índice presente no mesmo grão (padronização do CI). Este processo só é possível visto que todos os pontos estão indexados segundo a mesma orientação cristalográfica. O resultado desta técnica é apresentado nos mapas da Figura 19.

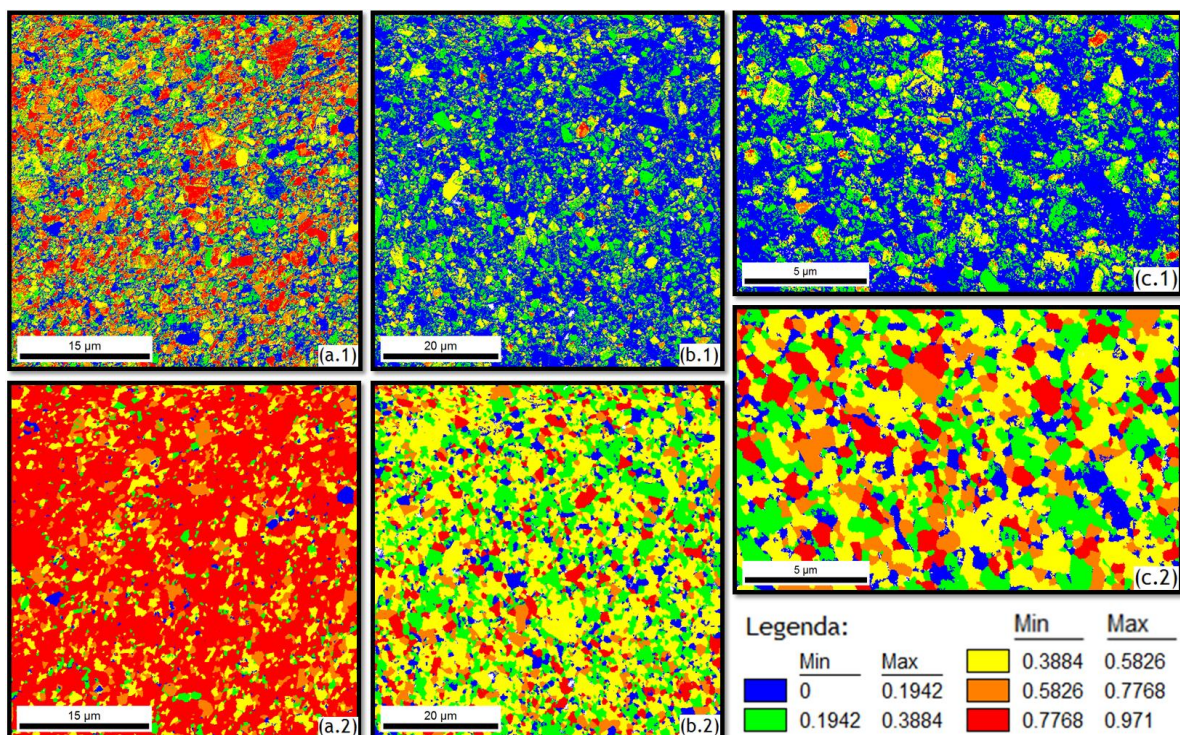


Figura 19: Mapas da distribuição do índice de confiança da amostra (a) GD05; (b) GDX e (c) GD08NC, (1) antes e (2) depois da padronização do CI.

No Anexo B, podem ser consultadas as tabelas que apresentam, para cada um dos mapas da Figura 19, a fração de pontos cujo valor de CI se situa entre os limites apresentados na legenda da mesma imagem.

Os mapas da Figura 19 sugerem um aumento do valor médio do índice de confiança após a padronização. Este passa a ser $0,81 \pm 0,22$, $0,45 \pm 0,22$ e $0,47 \pm 0,25$ para as amostras GD05, GDX e GD08NC, respetivamente. Com base nos mesmos mapas, pode-se concluir que, após padronização, revela-se mais pertinente referenciar o índice de confiança relativamente aos grãos, em detrimento dos pontos.

A Figura 20 evidencia a influência da padronização do CI no gráfico da fração numérica em função do índice de confiança dos grãos.

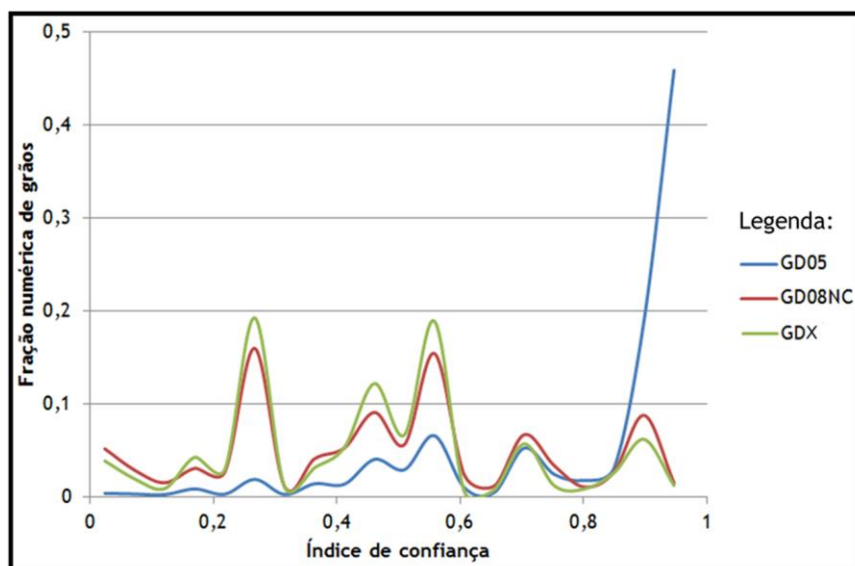


Figura 20: Gráfico da fração numérica de pontos em função do índice de confiança para os mapas após padronização do CI.

Tendo por base os valores médios do índice de confiança após padronização, assim como o gráfico da Figura 7, conclui-se que, através da rotina de preparação mecânica das amostras supracitadas, se obtiveram mapas com grãos com valor de CI satisfatório. Destaca-se, contudo, a amostra GD05 que possui uma elevada fração numérica de grãos com um valor de CI próximo de 1.

IV.2.1.3 Análise do parâmetro de ajustamento

A análise dos valores médios do parâmetro de ajustamento nas Tabelas 7 e 8 revela que as linhas detetadas pelo programa não possuem um desvio considerável das teóricas uma vez que os valores são reduzidos. S. I. Wright [16] considera elevado um valor próximo de 4° para o parâmetro em questão.

De forma análoga ao que foi executado na padronização do índice de confiança, podem-se alterar os valores do parâmetro de ajustamento, de alguns pontos dentro do mesmo grão, de modo a que coincidam com o menor existente. Os mapas representativos da distribuição do FIT dos pontos e dos grãos das amostras preparadas mecanicamente são apresentados no Anexo B, assim como a informação quantitativa associada a cada um deles. Após a padronização do FIT, os valores médios deste parâmetro associados aos mapas diminuem, passando designadamente para $0,74 \pm 0,24^\circ$, $1,00 \pm 0,26^\circ$ e $1,05 \pm 0,29^\circ$, respetivamente para as amostras GD05, GDX e GD08NC.

Mais uma vez, entre todas as amostras preparadas mecanicamente, aquela que apresenta o valor mais satisfatório para este índice é a GD05.

IV.2.2 Análise do tamanho de grão

O tamanho de grão médio de cada uma das amostras preparadas mecanicamente foi obtido por EBSD.

Na Tabela 9 é apresentada a influência das fronteiras de grão $\Sigma 2$ no tamanho de grão médio de cada uma das amostras.

Tabela 9: Influência das fronteiras de grão $\Sigma 2$ no tamanho médio de grão de cada uma das amostras preparadas mecanicamente.

Amostra	GD05		GDX		GD08NC	
Tamanho médio de grão	Média (μm)	Desvio padrão (μm)	Média (μm)	Desvio padrão (μm)	Média (μm)	Desvio padrão (μm)
Incluindo fronteiras de grão $\Sigma 2$	0,95	0,30	1,24	0,39	0,57	0,19
Excluindo fronteiras de grão $\Sigma 2$	1,06	0,34	1,38	0,45	0,67	0,23

Como se esperava, a inclusão das fronteiras $\Sigma 2$ na análise do tamanho de grão implica uma diminuição do seu valor médio uma vez que, quando estas fronteiras são incluídas na análise, dividem alguns grãos presentes no mapa.

Na Tabela 10 é possível constatar que, para as amostras GD05 e GD08NC, os valores do tamanho médio de grão obtidos em EBSD são respetivamente 0,14 e 0,13 μm inferiores aos valores apresentados na Tabela 1. Tal comparação foi efetuada excluindo-se as fronteiras de grão $\Sigma 2$ da medição em EBSD. Este facto corrobora a robustez desta tecnologia uma vez que os valores apresentados na Tabela 1 são calculados recorrendo à técnica de intersecção linear (TIL) a partir de imagens de microscopia eletrónica ou ótica. Nesta técnica, como a medição é feita manualmente, acresce um acentuado grau de subjetividade na localização das fronteiras, em detrimento da capacidade de deteção de grãos pequenos, comparativamente à EBSD. Consequentemente, para o mesmo material, será obtido por TIL um tamanho médio de grão superior ao determinado por EBSD.

Tabela 10: Valores do tamanho de grão médio obtidos por EBSD e por TIL.

Amostra	GD05	GD08NC
Tamanho de grão calculado por EBSD (μm)	1,06	0,67
Tamanho de grão calculado por TIL (μm)	1,20	0,80
Diferença (μm)	0,14	0,13

Os gráficos da Figura 21 apresentam as distribuições do tamanho de grão nas diferentes amostras preparadas mecanicamente.

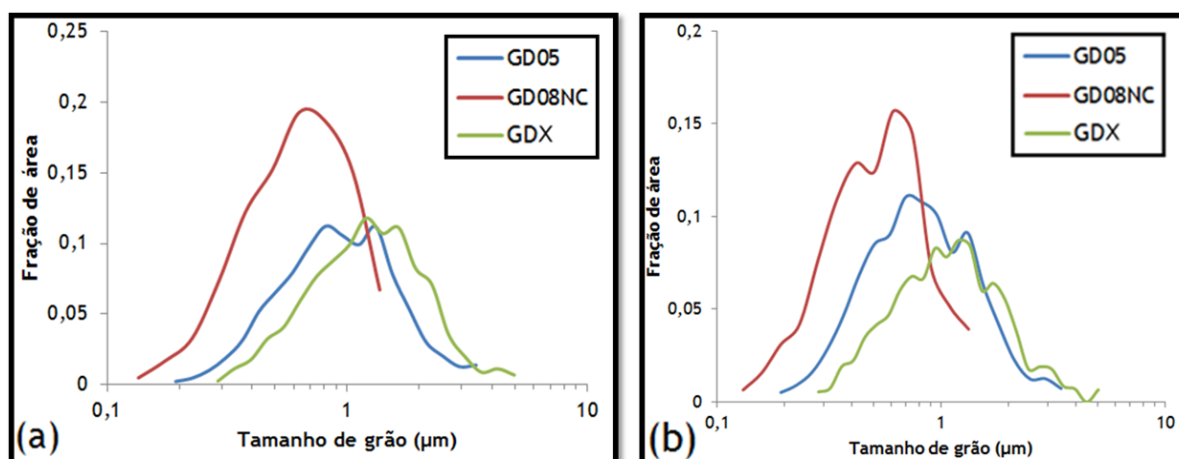


Figura 21: Distribuição da fração de área em função do tamanho de grão das amostras preparadas mecanicamente, (a) excluindo e (b) incluindo as fronteiras $\Sigma 2$ na análise.

Segundo os gráficos da Figura 21, as amostras GD08NC e GDX são as que apresentam a distribuição mais estreita e mais alargada do tamanho de grão, respetivamente. Tal facto vai de encontro com os valores do desvio padrão apresentados na Tabela 9.

No Anexo C são apresentados os gráficos que revelam a influência da inclusão ou exclusão das fronteiras $\Sigma 2$ na análise da distribuição do tamanho de grão nas diferentes amostras.

Nos gráficos da Figura 22 estão representadas as distribuições da fração numérica dos grãos em função do seu tamanho, para as amostras preparadas mecanicamente. A consulta destes gráficos é obrigatória pois, tal como já referido, os grãos com um tamanho mais reduzido também influenciarão o desempenho do produto final.

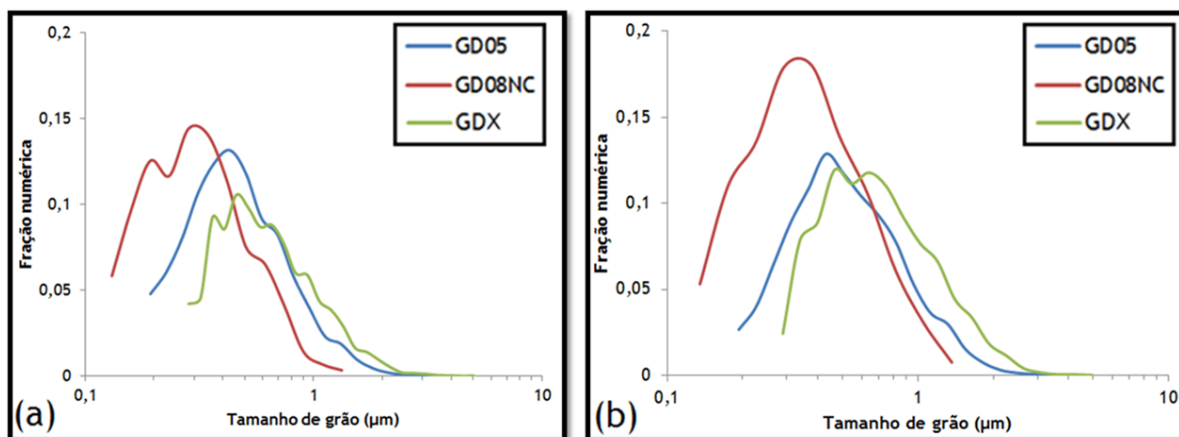


Figura 22: Distribuição da fração numérica em função do tamanho de grão das amostras preparadas mecanicamente, (a) excluindo e (b) incluindo as fronteiras $\Sigma 2$ na análise.

IV.2.3 Análise das fronteiras de grão $\Sigma 2$

Efetuuou-se a análise das fronteiras de grão $\Sigma 2$ dos diferentes graus de metal duro preparados mecanicamente. Considerou-se uma tolerância de 2° para a identificação destas fronteiras no mapa.

A distribuição das fronteiras $\Sigma 2$ no mapa IQ da amostra GD05 está apresentada na Figura 23.

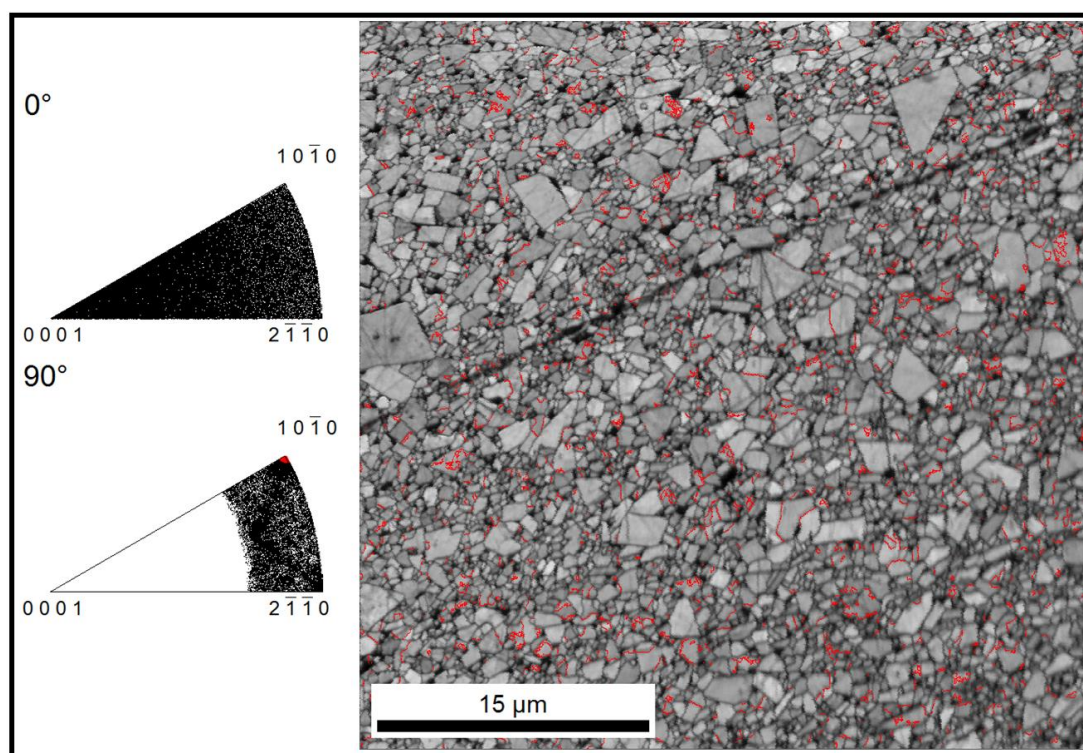


Figura 23: Mapa IQ da amostra GD05. Encontram-se representadas a vermelho as fronteiras que apresentam uma rotação de 90° relativamente à direção $[1010]$.

A distribuição das fronteiras de grão $\Sigma 2$ no mapa IQ da amostra GDX é apresentada na Figura 24.

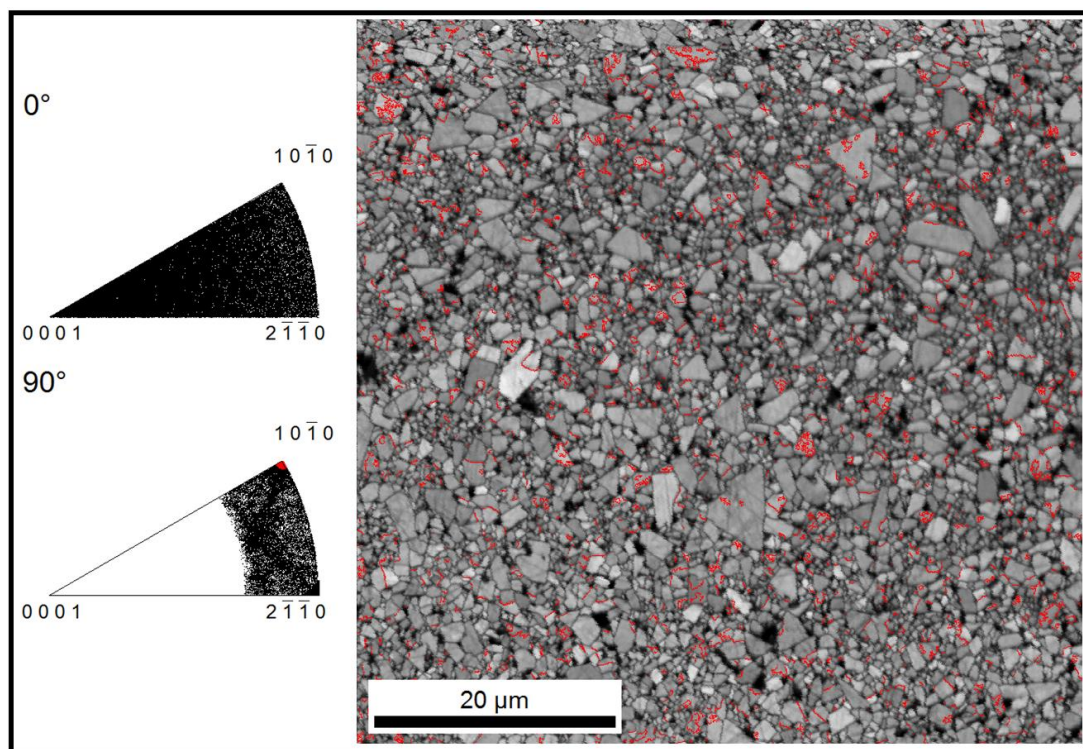


Figura 24: Mapa IQ da amostra GDX. Encontram-se representadas a vermelho as fronteiras que apresentam uma rotação de 90° relativamente à direção $[10\bar{1}0]$.

Por fim, de forma análoga, na Figura 25 é apresentado o mapa IQ da amostra GD08NC com a distribuição das fronteiras de grão $\Sigma 2$.

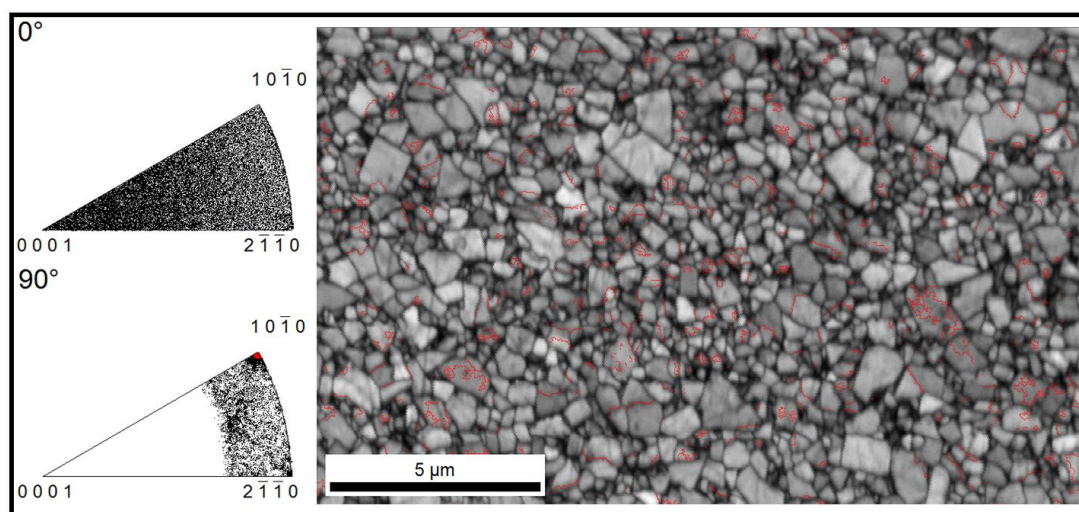


Figura 25: Mapa IQ da amostra GD08NC. Encontram-se representadas a vermelho as fronteiras que apresentam uma rotação de 90° relativamente à direção $[10\bar{1}0]$.

A Tabela 11 apresenta, para os mapas supracitados, o comprimento total das fronteiras de grão do tipo $\Sigma 2$ e das fronteiras com uma desorientação superior a 5° .

Tabela 11: Comprimento (μm) das fronteiras analisadas nos mapas das amostras preparadas mecanicamente.

Amostra	GD05	GDX	GD08NC
Fronteiras com desorientação superior a 5°	$6,91 \times 10^3$	$1,16 \times 10^4$	$1,31 \times 10^3$
Fronteiras $\Sigma 2$	920,41	$1,73 \times 10^3$	241,96
Fração de fronteiras $\Sigma 2$ (%)	13,3	14,9	18,5

Segundo os dados das Tabelas 1 e 9, a amostra GD08NC é a que apresenta o menor tamanho de grão. De facto, entre todas as amostras analisadas, esta é a que apresenta uma maior fração de fronteiras de grão $\Sigma 2$. Este resultado vai de encontro com o esperado pois, para esta amostra, a coalescência dos grãos ocorreu numa proporção reduzida, preservando uma maior fração de fronteiras $\Sigma 2$.

Tendo em conta que, segundo os dados da Tabela 9, a amostra de maior tamanho de grão é a GDX, seria de esperar que a sua fração de fronteiras de grão $\Sigma 2$ fosse inferior à da amostra GD05. Não é possível esclarecer o motivo de tal ocorrência face à falta de dados relativos à amostra GDX.

IV.3 Estudo dos mapas das amostras preparadas por polimento iónico

Na seguinte secção são analisados os mapas obtidos a partir das amostras preparadas segundo as rotinas de polimento iónico RPI (I) e (II).

IV.3.1 Análise da qualidade e fiabilidade dos mapas

Os valores dos índices avaliados são apresentados na Tabela 12.

Tabela 12: Valores médios dos diferentes parâmetros utilizados na análise da qualidade e fiabilidade dos mapas indexados a partir das amostras preparadas por polimento iónico.

Rotina de polimento	RPI (I)		RPI (II)
Amostra	GD05	GDX	GD05
IQ	2358 ± 713	1860 ± 503	1370 ± 462
CI*	$0,20 \pm 0,20$	$0,17 \pm 0,17$	$0,36 \pm 0,27$
FIT ($^\circ$)	$1,45 \pm 0,36$	$1,53 \pm 0,38$	$1,16 \pm 0,42$

* Os valores de CI devem ser analisados conjuntamente com o gráfico da Figura 29.

IV.3.1.1 Análise do parâmetro da qualidade de imagem

Os mapas IQ, em escala de cinzento, das amostras preparadas pelas rotinas de polimento iônico são exibidos na Figura 26.

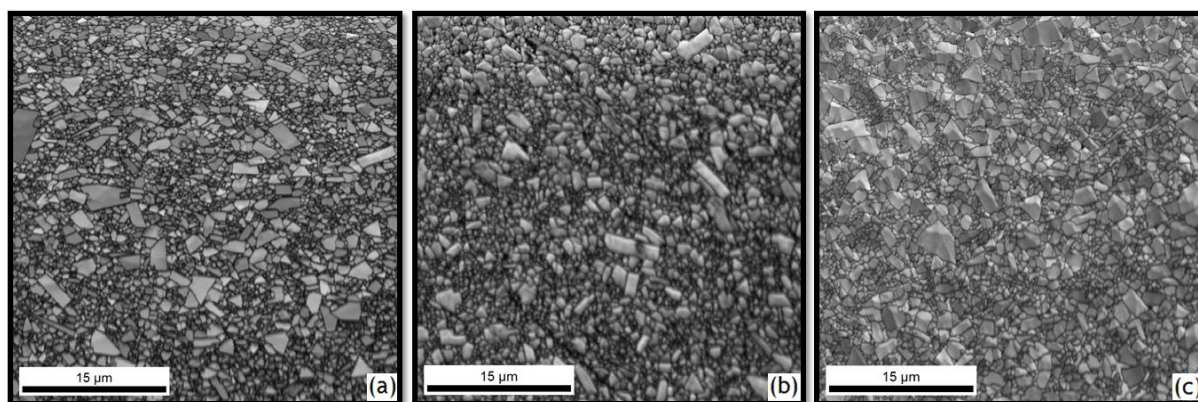


Figura 26: Mapas IQ da amostra GD05 preparada segundo a rotina de polimento (a) RPI (I) e (b) RPI (II) e (c) mapa da amostra GDX preparada de acordo com a rotina RPI (I).

A maior parte dos padrões de Kikuchi que originaram o mapa da amostra GD05, preparada segundo a rotina RPI (II), apresentam um maior grau de difusidade comparativamente aos que deram génese à indexação do mapa da mesma amostra quando preparada segundo a rotina RPI (I). Esta constatação é o reflexo dos valores médios de IQ apresentados na Tabela 12.

Contudo, é visível que a área superior do mapa da amostra GD05, preparada segundo a rotina RPI (II) é mais clara que o restante mapa. Tal circunstância significa que essa zona foi indexada a partir de padrões de difração menos difusos comparativamente aos do restante mapa. De modo a saber se a causa deste facto está relacionada com uma eventual deficiência na preparação das amostras, procedeu-se à análise da imagem obtida por SEM. São apresentadas na Figura 27 as imagens de SEM, obtidas no modo de funcionamento por deteção de eletrões secundários, das mesmas áreas indexadas nos mapas da Figura 26.

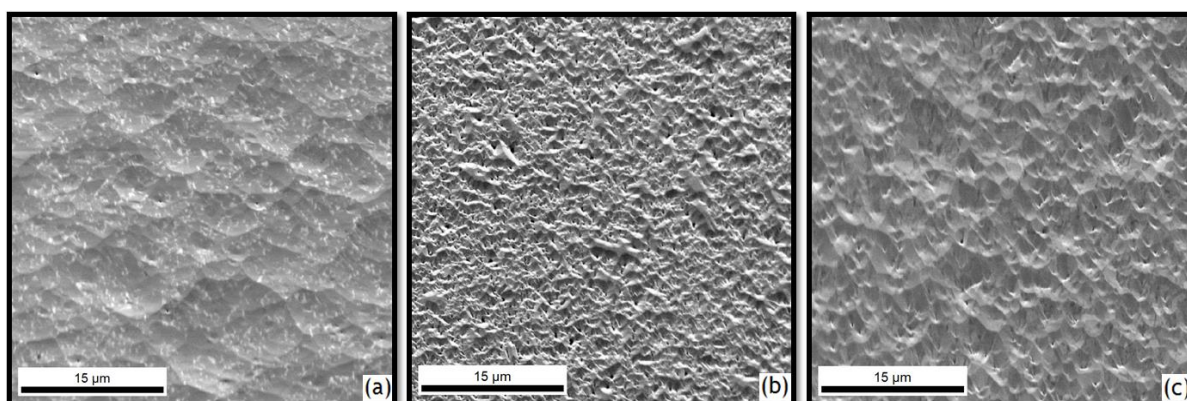


Figura 27: Imagens de SEM da amostra GD05 preparada segundo a rotina de polimento (a) RPI (I) e (b) RPI (II), (c) assim como da amostra GDX preparada segundo a rotina RPI (I).

No entanto, como é possível constatar da observação da imagem da Figura 27 (b), não se regista nenhuma diferença ao nível da topografia da amostra que justifique a heterogeneidade dos valores de IQ associados às diferentes áreas suprarreferidas. Associou-se, por isso, tal discrepância às condições de observação. É aconselhável, analogamente ao realizado para a amostra GD08NC, delimitar a área de análise no mapa para a que denota um maior valor de IQ. Deste modo, analisam-se apenas os grãos com maiores valores de IQ e de CI, e menores valores de FIT.

Logo, para a amostra GD05 preparada segundo a rotina RPI (II), considerou-se apenas o mapa apresentado na Figura 28, que possui 219 grãos para análise.

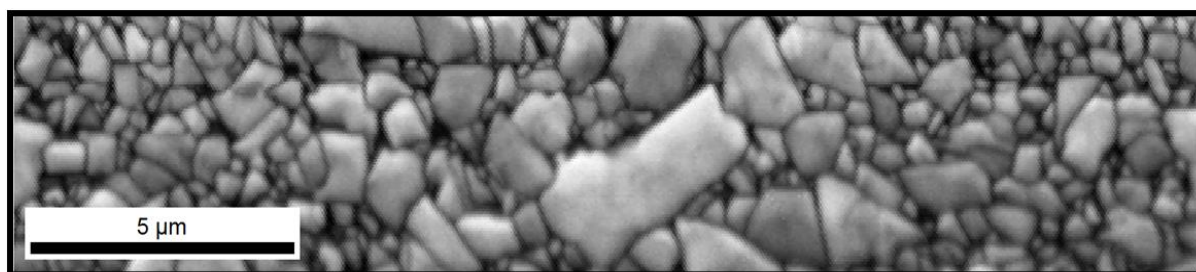


Figura 28: Área delimitada do mapa apresentado na Figura 26 (b).

Para o mapa da Figura 28, os valores médios de IQ, CI e FIT são apresentados na Tabela 13.

Tabela 13: Valores médios dos parâmetros para a avaliação da qualidade e fiabilidade do mapa da Figura 28.

IQ	CI	FIT (°)
1701 ± 519	0,44 ± 0,26	1,02 ± 0,37

As imagens de SEM da Figura 27 denotam a existência de concavidades nas superfícies. Estas são de dimensão superior nas amostras preparadas de acordo com a rotina RPI (I) comparativamente com a preparada segundo a rotina RPI (II).

IV.3.1.2 Análise do índice de confiança

O valor médio de CI de cada um dos mapas deve ser analisado conjuntamente com o gráfico da Figura 29.

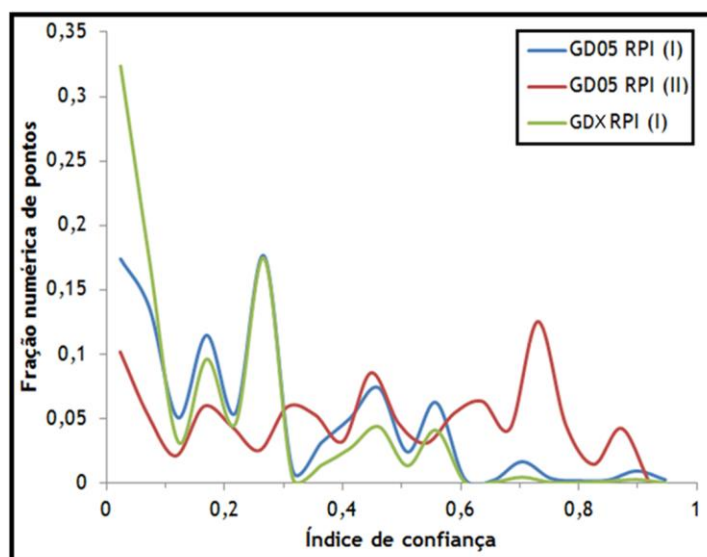


Figura 29: Gráfico da fração numérica de pontos em função do índice de confiança dos mapas das amostras GD05 e GDX preparadas segundo as rotinas de polimento iônico.

O mapa da amostra GD05, preparada segundo a rotina de preparação RPI (II), apresenta um número superior de pontos cujo valor de CI é próximo de 1, comparativamente aos mapas preparados segundo a rotina RPI (I).

Esta análise deve ser complementada com a observação dos mapas apresentados no Anexo B.

Após padronização do CI, verifica-se uma alteração dos valores primários do índice de confiança (Tabela 14).

Tabela 14: Valores médios do índice de confiança associados aos mapas das amostras GD05 e GDX preparadas segundo as diferentes rotinas de polimento iônico, após padronização do CI.

GD05 RPI (I)	GD05 RPI (II)	GDX RPI (I)
$0,48 \pm 0,23$	$0,82 \pm 0,11$	$0,41 \pm 0,24$

Os valores apresentados na Tabela 14 devem ser analisados em conjunto com o gráfico da Figura 30.

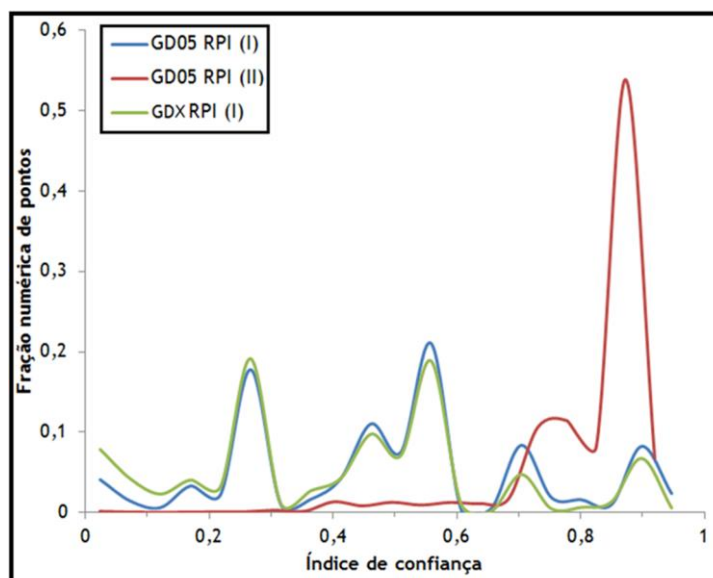


Figura 30: Gráfico da fração numérica de pontos em função do índice de confiança dos mapas das amostras GD05 e GDX, preparadas de acordo com as rotinas de polimento iônico, após padronização do CI.

No mapa da amostra GD05, preparada segundo a rotina RPI (II), a fração numérica de pontos com valores de CI próximos de 1 é bastante elevada, relativamente aos mapas das amostras preparadas segundo a rotina de preparação RPI (I). A rotina de preparação RPI (II) mostrou-se destacadamente mais eficaz, relativamente à RPI (I), na obtenção de um maior número de pontos nos mapas com um índice de confiança próximo de 1.

Poder-se-á consultar no Anexo B a distribuição do índice de confiança dos pontos e grãos a partir dos mapas das amostras preparadas segundo as rotinas de polimento iônico.

IV.3.1.3 Análise do parâmetro de ajustamento

A análise dos valores médios do parâmetro de ajustamento apresentados nas Tabelas 12 e 13 revela, mais uma vez, apenas um pequeno desvio entre as bandas detetadas e as teóricas.

Contudo, a padronização do índice de confiança reduz ainda mais os valores médios do parâmetro de ajustamento (ver Tabela 15).

Tabela 15: Valores médios do parâmetro de ajustamento dos mapas das amostras preparadas por polimento iônico, após padronização do FIT.

GD05 RPI (I)	GD05 RPI (II)	GDX RPI (I)
$0,95 \pm 0,27^\circ$	$0,68 \pm 0,44^\circ$	$1,00 \pm 0,34^\circ$

De todas as amostras analisadas, a GD05, quando preparada segundo a rotina RPI (II), é a que apresenta, mais uma vez, os valores mais satisfatórios.

IV.3.2 Análise do tamanho de grão

O tamanho médio de grão de cada um dos mapas das amostras preparadas segundo as rotinas de polimento iónico foi determinado por EBSD. Os respetivos valores estão registados na Tabela 16.

Tabela 16: Tamanho médio de grão de cada uma das amostras preparadas por polimento iónico, com e sem a influência das fronteiras $\Sigma 2$.

Amostra / Rotina de polimento	GD05 / RPI (I)		GD05 / RPI (II)		GDX / RPI (I)	
Tamanho médio de grão	Média (μm)	Desvio padrão (μm)	Média (μm)	Desvio padrão (μm)	Média (μm)	Desvio padrão (μm)
Incluindo fronteiras de grão $\Sigma 2$	0,92	0,29	1,05	0,32	1,10	0,36
Excluindo fronteiras de grão $\Sigma 2$	1,02	0,33	1,13	0,35	1,24	0,41

Mais uma vez, e tal como esperado, a presença das fronteiras $\Sigma 2$ promove uma diminuição do tamanho médio de grão, pelos mesmos motivos já citados na secção IV.2.2.

De acordo com os dados da Tabela 17, a comparação do tamanho médio de grão da amostra GD05 obtido por TIL com o determinado por EBSD (excluindo da análise as fronteiras $\Sigma 2$) revela uma variação de 0,18 e 0,07 μm , respetivamente para a amostra preparada de acordo com as rotinas RPI (I) e (II). Para o parâmetro em questão, os valores obtidos por EBSD são inferiores aos obtidos por TIL, pelos mesmos motivos referidos na secção IV.2.2.

Tabela 17: Comparação dos valores do tamanho médio de grão obtidos por EBSD e TIL.

Amostra	GD05	
Preparação	RPI (I)	RPI (II)
Tamanho de grão calculado por EBSD (μm)	1,02	1,13
Tamanho de grão calculado por TIL (μm)	1,20	
Diferença (μm)	0,18	0,07

Nos gráficos da Figura 31 são apresentadas as distribuições do tamanho de grão dos diferentes mapas indexados a partir das amostras preparadas de acordo com as rotinas de polimento iônico.

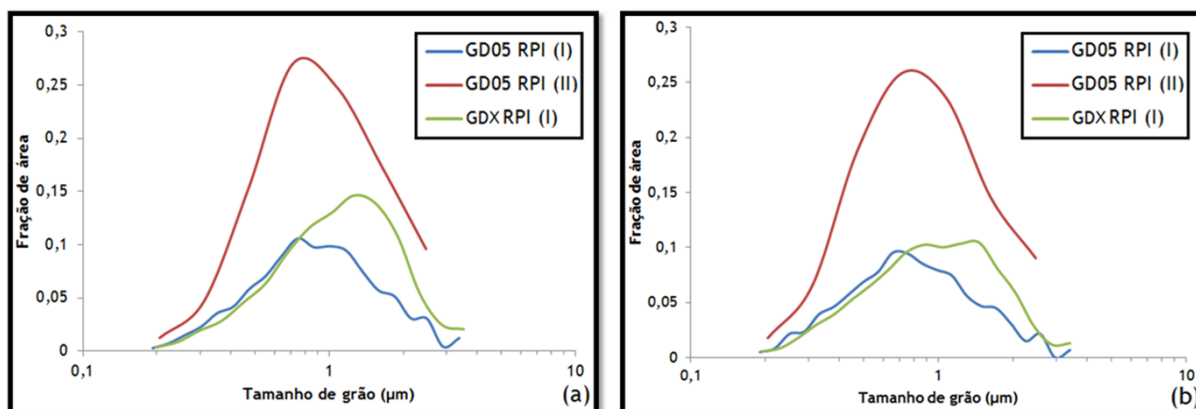


Figura 31: Distribuição da fração de área em função do tamanho de grão das amostras preparadas por polimento iônico, (a) excluindo e (b) incluindo na análise as fronteiras $\Sigma 2$.

Para uma melhor compreensão da influência das fronteiras de grão $\Sigma 2$ na distribuição do tamanho de grão, sugere-se a consulta do Anexo C.

Na Figura 32 são apresentados os gráficos relativos à distribuição da fração numérica de grãos em função do seu tamanho, considerando ou não na análise as fronteiras $\Sigma 2$.

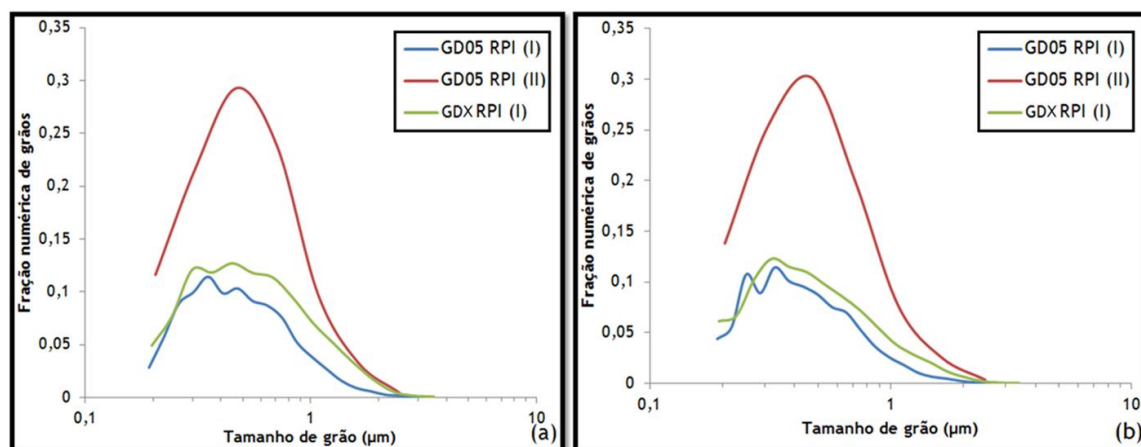


Figura 32: Distribuição da fração numérica em função do tamanho de grão das amostras preparadas por polimento iônico, (a) excluindo e (b) incluindo na análise as fronteiras $\Sigma 2$.

IV.3.3 Análise das fronteiras de grão $\Sigma 2$

Para esta análise, considerou-se uma tolerância de 2° para a identificação das fronteiras de grão $\Sigma 2$ no mapa.

A Figura 33 apresenta a distribuição das fronteiras que exibem uma rotação de 90° relativamente à direção $[10\bar{1}0]$ no mapa IQ da amostra GD05, preparada segundo a rotina RPI (I).

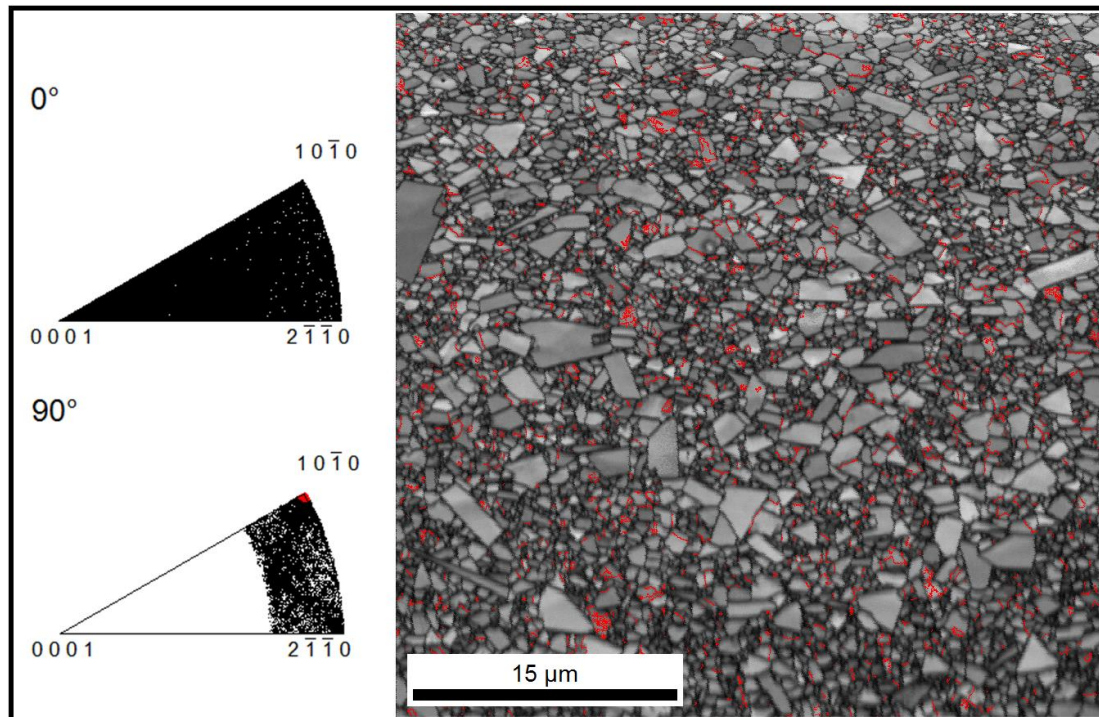


Figura 33: Mapa IQ da amostra GD05 preparada segundo a rotina de preparação RPI (I). São representadas a vermelho as fronteiras que exibem uma rotação de 90° relativamente à direção $[10\bar{1}0]$.

Apresenta-se na Figura 34 a distribuição do mesmo tipo de fronteiras de grão de baixa energia, no mapa IQ da amostra GD05, preparada de acordo com a rotina RPI (II).

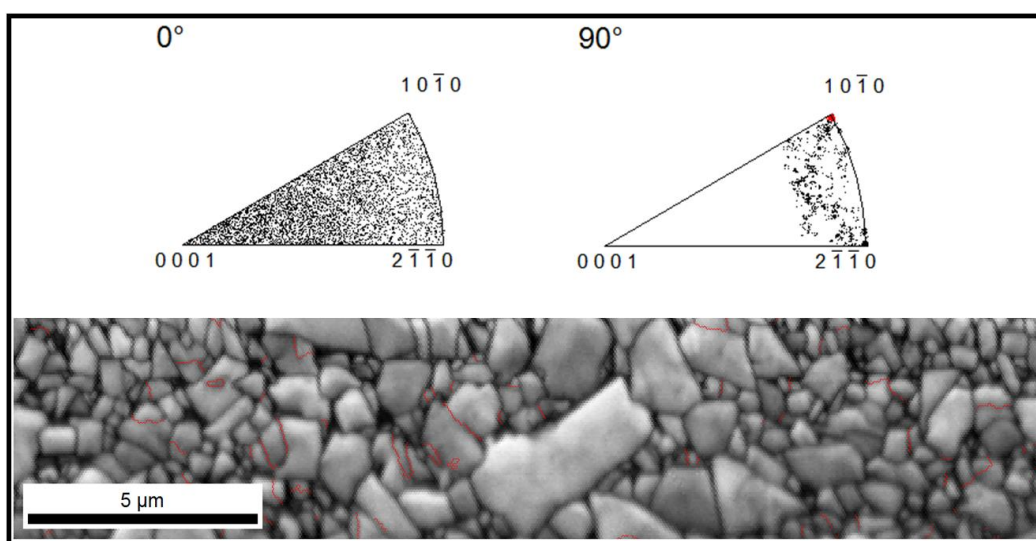


Figura 34: Mapa IQ da amostra GD05 preparada segundo a rotina de preparação RPI (II). São representadas a vermelho as fronteiras que exibem uma rotação de 90° relativamente à direção $[10\bar{1}0]$.

Finalmente, a Figura 35 exibe o mapa IQ da amostra GDX, preparada por polimento iônico, em que se procedeu à identificação das fronteiras CSL.

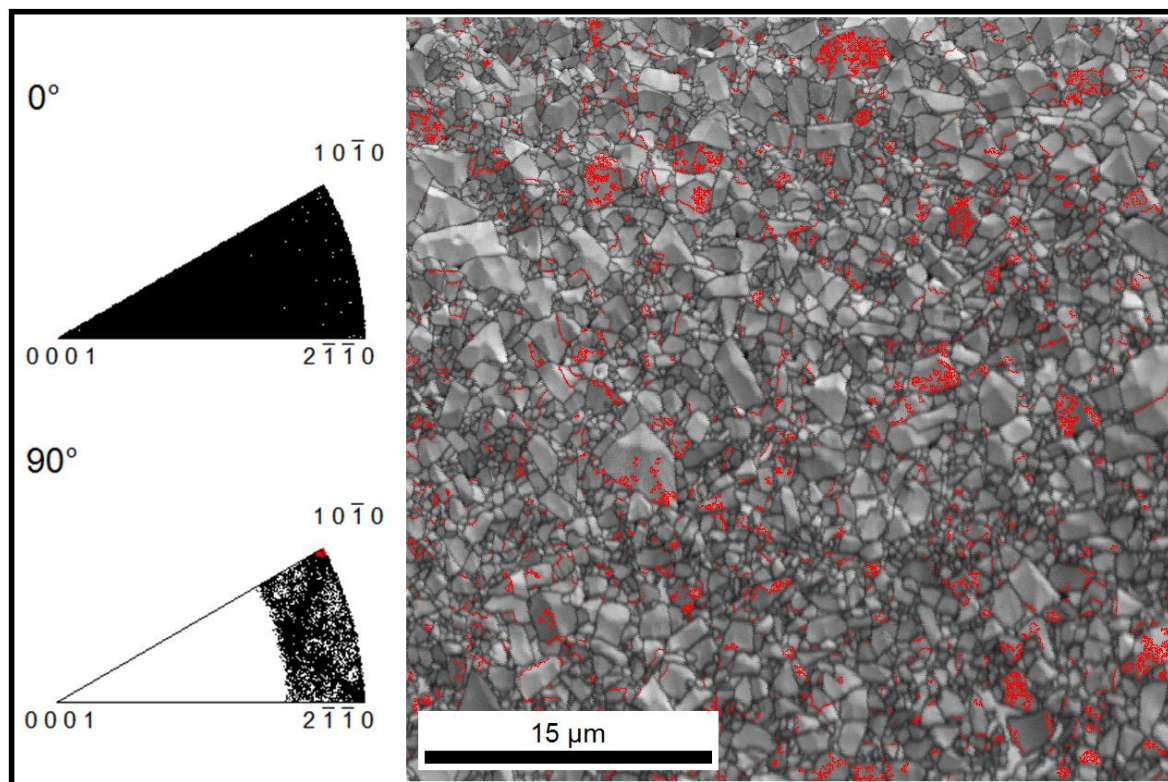


Figura 35: Mapa IQ da amostra GDX preparada por polimento iônico. São representadas a vermelho as fronteiras de grão que exibem uma rotação de 90° relativamente à direção $[10\bar{1}0]$.

Para os mapas apresentados, o comprimento total das fronteiras de grão do tipo $\Sigma 2$, bem como das que ostentam uma desorientação superior a 5° é apresentado na Tabela 18.

Tabela 18: Comprimento (μm) dos diferentes tipos de fronteiras presentes nos mapas das amostras preparadas por polimento iônico.

Amostra	GD05		GDX
	RPI (I)	RPI (II)	RPI (I)
Rotina de preparação			
Fronteiras com desorientação superior a 5°	$6,34 \times 10^3$	375,47	$4,84 \times 10^3$
Fronteiras $\Sigma 2$	901,15	37,38	$1,31 \times 10^3$
Fração de fronteiras $\Sigma 2$ (%)	14,2	10,0	27,1

A amostra GDX é a que apresenta um tamanho de grão mais elevado (ver Tabela 16). Assim, seria de esperar que exibisse a menor fração de fronteiras $\Sigma 2$. A razão de uma diferença tão elevada pode remeter para a possibilidade da análise ter incidido unicamente sobre uma zona da amostra que apresenta uma maior densidade deste tipo de

fronteiras. O esclarecimento desta questão implica num maior conhecimento a respeito dos dados acerca do tamanho de grão deste grau.

IV.4 Preparação mecânica vs polimento iônico

As imagens obtidas em SEM apresentadas nas Figuras 15 e 27 revelam que as superfícies das amostras resultantes da preparação mecânica são mais regulares a nível topográfico que as obtidas por polimento iônico. Por isso, sugere-se que, em trabalhos futuros, sejam testadas outras rotinas de polimento iônico, nomeadamente utilizando uma tensão mais reduzida, uma vez que esta é a responsável pela aceleração dos iões contra a superfície da amostra.

A indexação dos mapas das amostras preparadas de acordo com as rotinas de polimento mecânico e iônico foi bem sucedida.

Na Figura 36 são exibidos os gráficos que apresentam a variação do IQ em função da técnica de preparação utilizada.

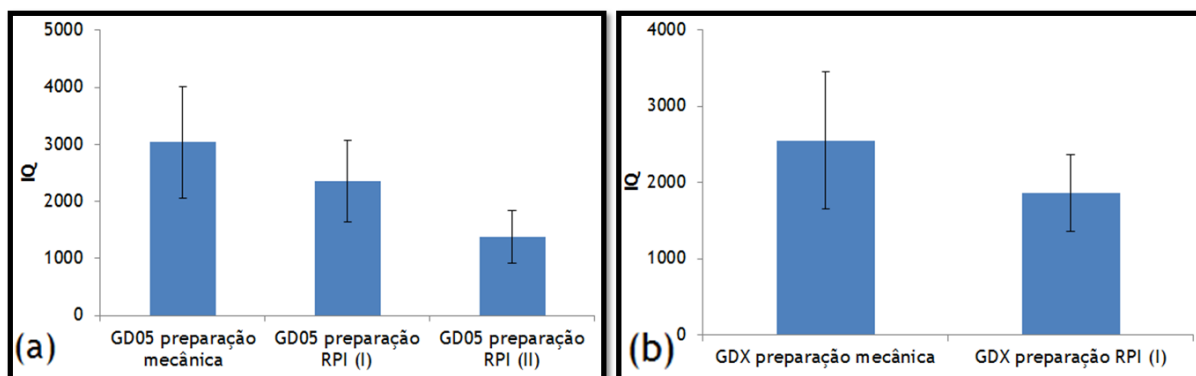


Figura 36: Gráficos que representam, para os graus de metal duro (a) GD05 e (b) GDX, a variação do parâmetro da qualidade de imagem com a técnica de preparação utilizada.

Os gráficos da Figura 36 evidenciam que, para ambos os graus de metal duro analisados, a preparação mecânica é a que promove a obtenção do resultado mais satisfatório do parâmetro IQ. Para a amostra de grau GD05, a preparação de acordo com a rotina RPI (II), apesar de utilizar valores de tensão e corrente inferiores aos da rotina RPI (I), apresenta um valor de IQ inferior.

Na Figura 37 são apresentados os gráficos que evidenciam a variação do CI com a técnica de preparação utilizada.

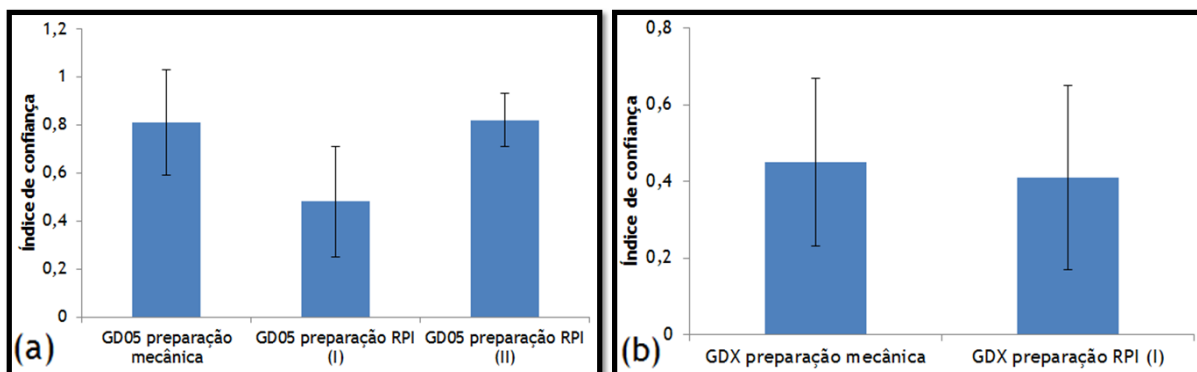


Figura 37: Gráficos que representam, para os graus de metal duro (a) GD05 e (b) GDX, a variação do índice de confiança com a técnica de preparação utilizada.

Os gráficos da Figura 37 não revelam uma variação do índice de confiança no mesmo sentido da variação do parâmetro de qualidade da imagem. O mapa da amostra GD05, quando preparada de acordo com a rotina RPI (I), apresenta um valor médio de CI manifestamente menor que os mapas da mesma amostra quando preparada segundo as outras técnicas. Por outro lado, os valores de CI dos mapas indexados a partir da amostra GDX não apresentam diferença significativa em função da técnica de preparação utilizada.

Os valores do índice de confiança dos grãos são sempre satisfatórios. Segundo o gráfico da Figura 7, a probabilidade de acerto das soluções indexadas é de aproximadamente 1.

Na Figura 38 são apresentados os gráficos que evidenciam a variação do FIT dos mapas em função da técnica de preparação de amostras utilizada.

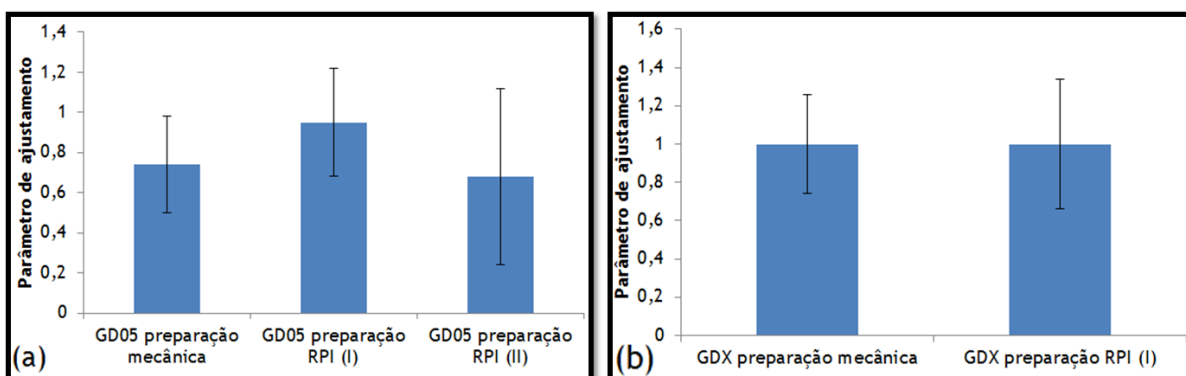


Figura 38: Gráficos que representam, para os graus de metal duro (a) GD05 e (b) GDX, a variação do parâmetro de ajustamento (°) em função da técnica de preparação utilizada.

O mapa indexado a partir da amostra GD05 preparada de acordo com a rotina RPI (I), analogamente ao ocorrido na análise do CI, foi aquele que, destacadamente, apresentou o valor médio menos satisfatório para o parâmetro de ajustamento. Mais uma vez, na análise dos mapas da amostra GDX, não se registou uma diferença significativa entre os valores desse parâmetro com as diferentes técnicas de preparação utilizadas.

Os valores de FIT apresentados sempre foram muito reduzidos pelo que não comprometem a fiabilidade das soluções indexadas.

Os índices representativos da fiabilidade das soluções indexadas nos mapas EBSD variaram sempre no mesmo sentido. Contudo, não foi possível estabelecer qualquer relação com a técnica de preparação utilizada. Por sua vez, o parâmetro de qualidade de imagem (IQ) revelou-se dependente do modo de preparação utilizado; segundo os gráficos da Figura 36, a técnica que origina melhores resultados é a preparação mecânica. Aconselha-se, em trabalhos futuros, a aplicação de tensões mais baixas nas rotinas de polimento iónico uma vez que, segundo Mingard *et al.* [17] esta etapa deve aumentar a qualidade dos padrões indexados.

Da análise dos gráficos da Figura 39 pode-se concluir que o método de preparação não teve influência significativa no valor do tamanho médio de grão obtido; apresentou sempre valores mais elevados quando as fronteiras $\Sigma 2$ foram excluídas da análise.

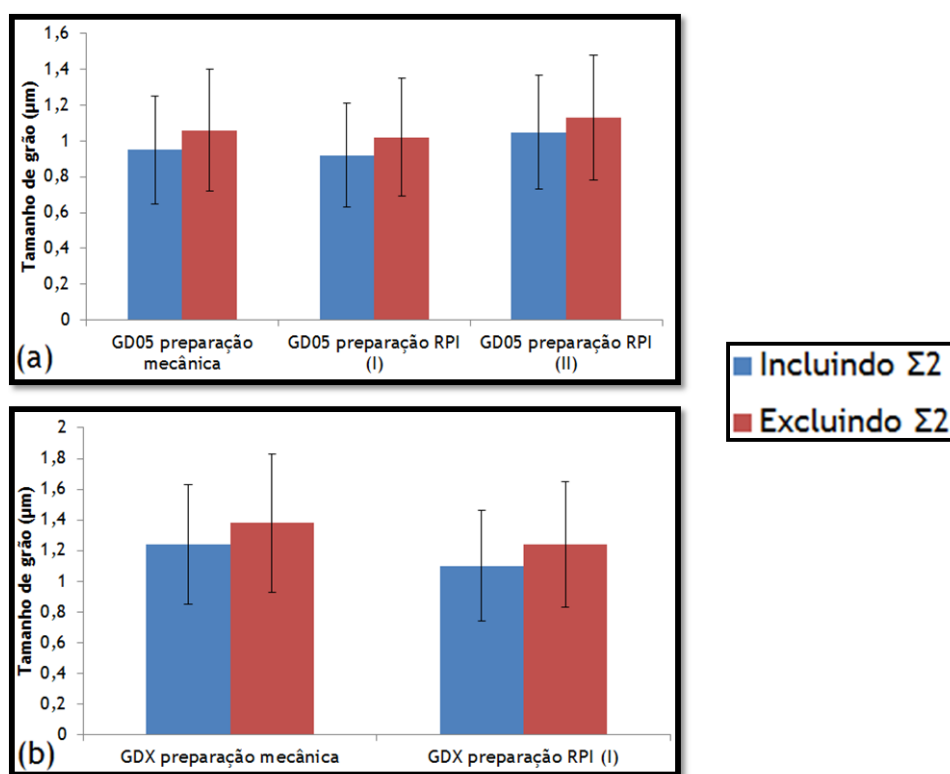


Figura 39: Gráficos que representam, para os graus de metal duro (a) GD05 e (b) GDX, a variação do tamanho médio de grão com a técnica de preparação utilizada.

V. Conclusões

O principal objetivo do presente trabalho assentou na elaboração de uma rotina de análise do tamanho de grão de alguns graus de metal duro produzidos pela DURIT - Metalurgia Portuguesa do Tungsténio, L.^{da}, recorrendo à difração de eletrões retrodifundidos.

Elaborou-se com sucesso uma rotina de redução de ruído compreendendo duas etapas: a definição do tamanho mínimo de grão em pixéis e a expansão dos grãos de tamanho superior ao mínimo previamente estabelecido.

Estabeleceu-se, através do parâmetro de qualidade da imagem (IQ), uma relação entre a qualidade dos mapas indexados e as técnicas de preparação de amostras desenvolvidas. As amostras preparadas mecanicamente apresentaram valores mais elevados para este parâmetro que as preparadas através das rotinas de polimento iónico. É necessário vir a desenvolver um trabalho mais profundo de modo a ajustar os parâmetros do polimento iónico uma vez que, segundo a bibliografia, com a aplicação de tensões mais baixas, a qualidade dos padrões indexados será superior.

Para todos os mapas analisados, os valores de CI revelam uma probabilidade de acerto da solução indexada muito próxima de 1. Os valores de FIT, dado serem muito baixos, não comprometem a fiabilidade das soluções indexadas.

O tamanho médio de grão obtido, através da medição em EBSD, foi sempre menor que os valores calculados por TIL. Tal facto era expectável uma vez que, em TIL, é impossível detetar grãos de dimensão reduzida, o que já não se verifica em EBSD.

Como era esperado, verificou-se, para todas as amostras analisadas, um aumento do tamanho médio de grão ao excluir da análise as fronteiras de grão $\Sigma 2$.

VI. Recomendações para trabalhos futuros

Para trabalhos futuros recomenda-se que:

- Seja acrescentada, após preparação mecânica, uma etapa de verificação, em microscopia ótica de luz polarizada, da superfície da amostra de modo a minimizar a probabilidade de presença de deformações na malha;
- Sejam utilizados menores valores de tensão e corrente na preparação por polimento iônico;
- Seja realizada uma análise que evidencie as melhores condições de operação do sistema EBSD/SEM para aquisição dos padrões e indexação dos mapas. Neste sentido, deve-se proceder ao estudo de alguns parâmetros como a corrente do feixe, resolução espacial e *step size*.

VII. Referências bibliográficas

1. DURIT-Metalurgia Portuguesa do Tungsténio, LDA. "Competência em Metal Duro". [Acedido a 24 de outubro]; Disponível em: http://durit.com/fileadmin/user_upload/PDFs/pt/Catalogo.pdf.
2. Santhanam, A.T., et al. 1992. "Cemented Carbides" em *ASM Metals Handbook: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-purpose Materials*, p. 2361-2688. ASM International. Disponível em: <http://books.google.pt/books?id=TrxrMQEACAAJ>.
3. Soares, E. 2012. "Industrial development of submicron to ultrafine WC-Co hardmetal grades" PhD, Faculdade de Engenharia, Universidade do Porto.
4. Wang, X., et al. 2008. "Grain growth during the early stage of sintering of nanosized WC-Co powder". *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 26(3): p. 232-241. 5//. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263436807000431>
5. Kumar, V., et al. 2006. "An analysis of grain boundaries and grain growth in cemented tungsten carbide using orientation imaging microscopy". *Metallurgical and Materials Transactions A*. 37(3): p. 599-607. 2006/03/01. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1007/s11661-006-0032-z>
6. Schwarzer, R.A., et al. 2009. "Present State of Electron Backscatter Diffraction and Prospective Developments" em *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, p. 1-20. Springer: Estados Unidos
7. Mingard, K.P., et al. 2009. "Comparison of EBSD and conventional methods of grain size measurement of hardmetals". *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 27(2): p. 213-223. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263436808000760>
8. Goldstein, J., et al. 2003. "Electron Backscatter Patterns" em *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, p. 256-270. Kluwer Academic/ Plenum Publishers: Estados Unidos
9. Oxford Instruments. 2013. "Automated indexing and orientation measurement". [Acedido a 22 de janeiro de 2013]; Disponível em: <http://www.ebsd.com/index.php/ebsd-explained/basics-of-ebsd/automated-indexing-and-orientation-measurement>.

10. "Grains in OIM" em *Tutorial do TSL OIM Analysis 5*.
11. Josefsson, F. 2012. "Development of a quantitative method for grain size measurement using EBSD - and comparison of WC-Co materials produced with different production methods." MsD, Department of Materials Science and Engineering Royal Institute of Technology.
12. Wand, M.P. *Data-Based Choice of Histogram Bin Width*. 1996.
13. Scott, D.W. 1979. "On Optimal and Data-Based Histograms". *Biometrika*. 66: p. 605-610.
14. Katrakova, D. e F. Mücklich. 2001. "Specimen Preparation for Electron Backscatter Diffraction - Part I: Metals" em *Practical Metallography*, p. 546-565. Carl Hanser Verlag: Munique
15. Oxford Instruments. 2013. "Pattern quality maps". [Acedido a 20 de dezembro de 2013]; Disponível em: <http://www.ebsd.com/index.php/ebsd-analysis/types-of-ebsd-experiment/pattern-quality-maps>.
16. Wright, S.I. 2000. "Fundamentals of automated EBSD" em *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science* p. 58-59. Plenum: Estados Unidos
17. Mingard, K.P., et al. 2011. "Some aspects of the structure of cobalt and nickel binder phases in hardmetals". *Acta Materialia*. 59(6): p. 2277-2290. 4//. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645410008256>
18. Nowell, M., et al. 2005. "EBSD sample preparation: Techinques, Tips, and Tricks". *Microscopy Today*. Disponível em: https://www.google.pt/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=4&cad=rja&ved=0CFAQFjAD&url=http%3A%2F%2Fwww.researchgate.net%2Fpublication%2F200653260_EBSD_Sample_Preparation_Techniques_Tips_and_Tricks%2Ffile%2Fe0b4952387942d9c17.pdf&ei=V7u4UpXiAcLQ7AaL74HoBg&usg=AFQjCNE3ZsfnKHissF8qAyn4vfjkiqBzWA&sig2=Y3iQx8yxIntHRaCM1i5i0g&bvm=bv.58187178,d.ZGU
19. Santhanam, A.T. 2004. "Metallography of Cemented Carbides" em *ASM Metals Handbook: Metallography and Microstructures*, p. 1067-1078. ASM International. Disponível em: <http://books.google.pt/books?id=W0dLAQAAIAAJ>.
20. ASTM. *Standard Guide for Metallographic Sample Preparation of Cemented Tungsten Carbides*. ASTM B 665 Estados Unidos.

21. Campbell, S.A., *Fabrication Engineering at the Micro- and Nanoscale (3rd Edition)*, Oxford University Press.
22. Oxford Instruments. 2013. "Ion beam techniques". [Acedido a 22 de janeiro de 2013]; Disponível em: <http://www.ebsd.com/index.php/sample-preparation/sample-preparation-for-ebsd/ion-beam-techniques>.
23. ISO. 2008. *Hardmetals - Metallographic determination of microstructure. Part 2: Measurement of WC grain size ISO 4499-2*
24. Dreyer, K. e H.v.d. Berg, *Into the New Millennium*, em *8th International Trade Fair for Machinery, Equipment, Plant, Process and Raw Materials for CERAMICS and POWDER METALLURGY*1999: Munique.
25. Voort, G.F.V. e W.V. Geertruyden *Specimen Preparation for Electron Backscattered Diffraction*. 2010.

Anexos

A. Rotinas de redução de ruído

A.1 Mapas das amostras preparadas por polimento mecânico

Nesta secção serão apresentadas as diferentes rotinas de redução de ruído elaboradas para os mapas das amostras preparadas por polimento mecânico.

A.1.1 Amostra GD05

A Figura A.1 mostra uma secção dos mapas primários da qualidade da imagem (IQ) e da orientação cristalográfica associada aos grãos da amostra GD05. O mapa da Figura A.1 (b) apresenta uma elevada quantidade de pequenos aglomerados de pontos de mesmas orientações cristalográficas. No mapa da Figura A.1 (a), pode-se confirmar que os pontos ou aglomerados supracitados não correspondem a grãos reais.

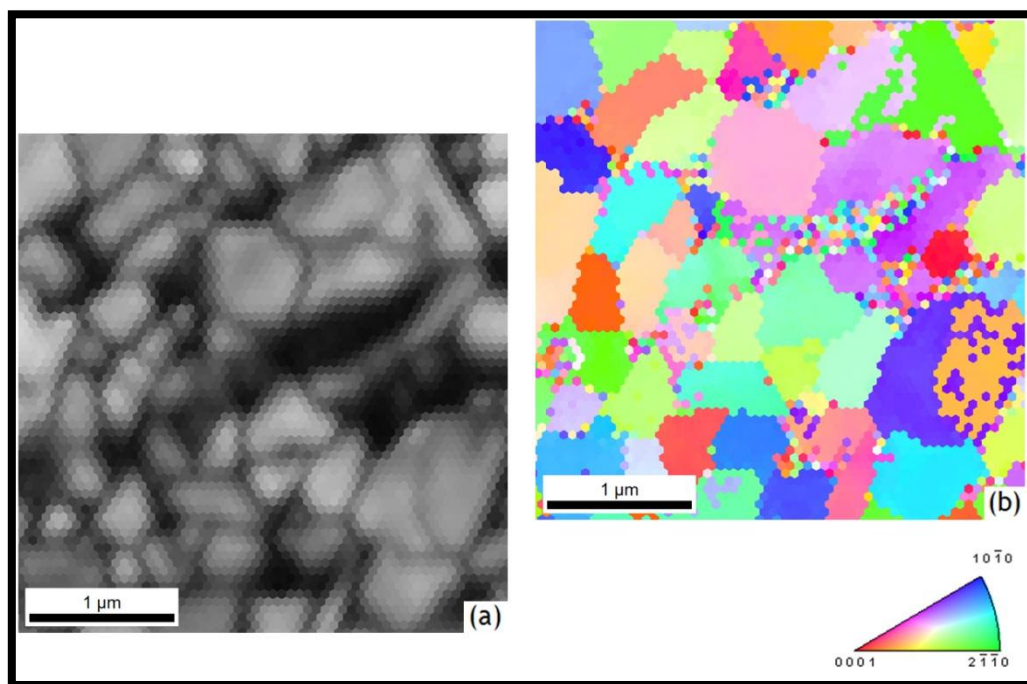


Figura A.1: Secção (a) do mapa IQ em escala de cinzento e (b) do mapa da figura de polos inversos, da amostra do grau GD05.

É apresentado na Figura A.2 o gráfico da fração numérica do número de pontos em função do tamanho de grão em pixels utilizado para determinar o tamanho mínimo de grão.

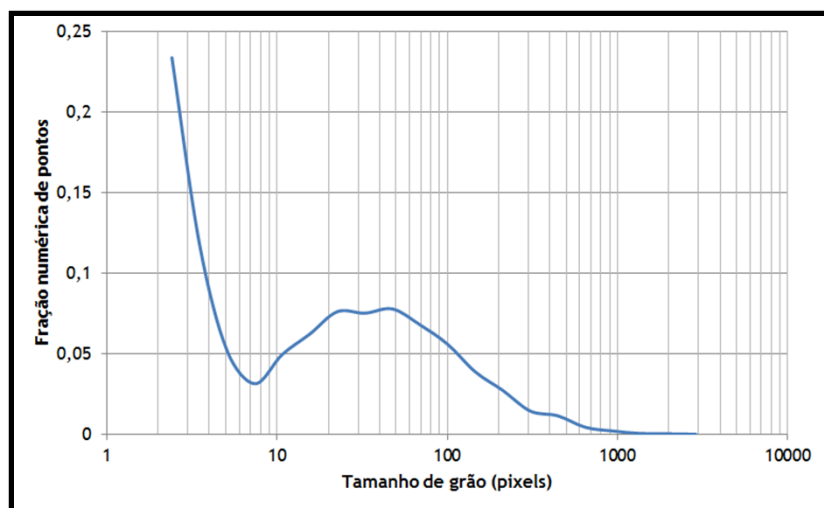


Figura A.2: Gráfico da fração numérica de pontos em função do tamanho de grão em pixels, do mapa primário da amostra do grau GD05.

O primeiro mínimo do gráfico da Figura A.2 corresponde a um tamanho de grão de aproximadamente 8 pixels. De modo a reduzir o erro dos resultados obtidos e, ao mesmo tempo, não excluir grãos reais da análise, complementou-se o estudo do gráfico com a inspeção do mapa EBSD, apresentado na Figura A.3.

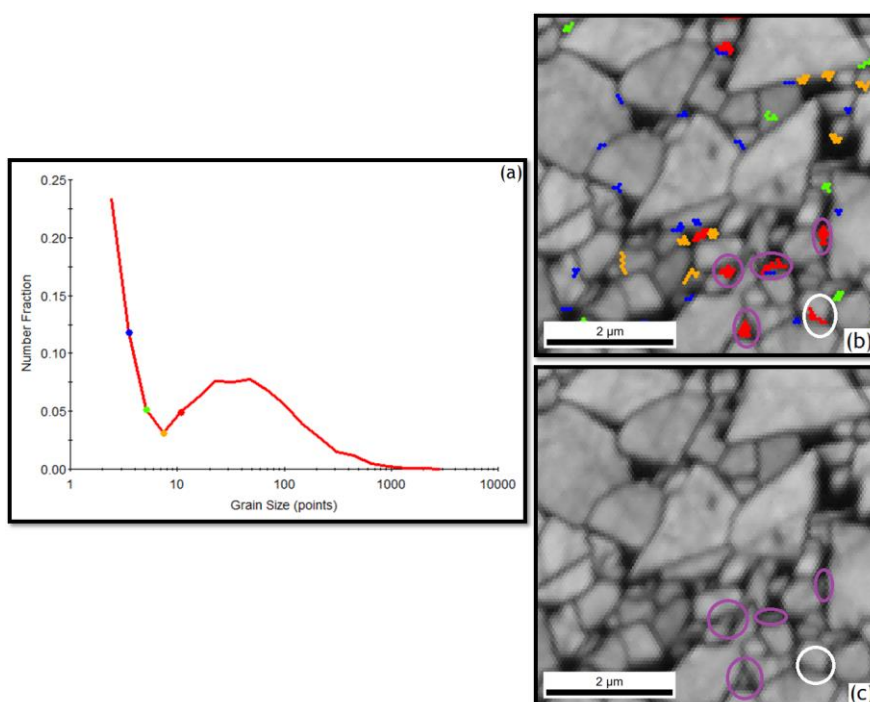


Figura A.3: Análise conjunta do gráfico da fração numérica de pontos em função do tamanho de grão em pixels e dos mapas, para determinação do tamanho mínimo de grão.

Nas Figuras A.3 (b) e (c), os grãos vermelhos envolvidos por círculos roxos têm um tamanho de grão superior a 8 pixels e, efetivamente, correspondem a grãos reais. No

entanto, o grão vermelho com um círculo branco ao seu redor é irreal apesar de possuir um número de pixéis igual a 9. Apesar deste facto, optou-se por manter o tamanho mínimo de grão igual a 8 dado que foram identificados grãos reais com 9 pixéis (grão marcado com um círculo branco na Figura A.4).

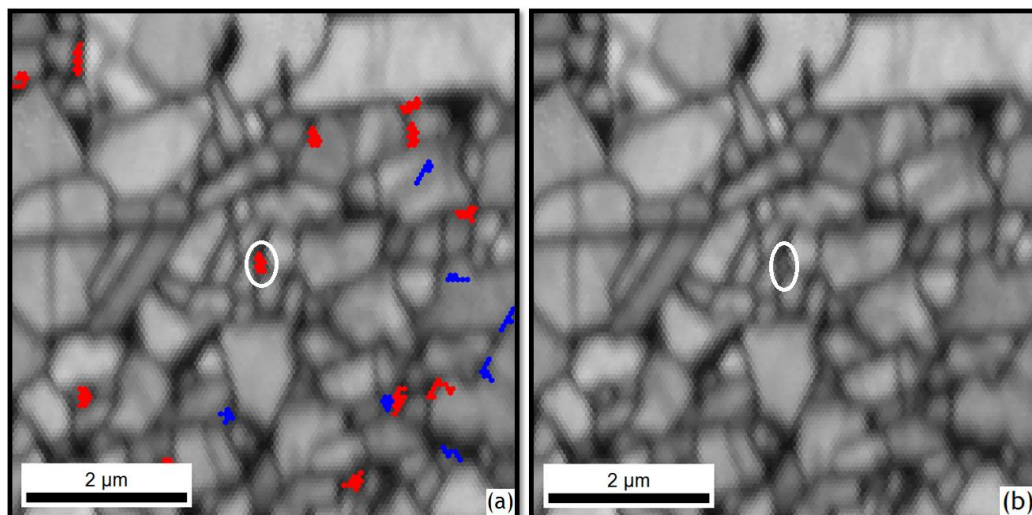


Figura A.4: Secção do mapa IQ da amostra GD05, onde se destaca um grão com apenas 9 pixéis.

O resultado da definição do tamanho mínimo de grão é apresentado na Figura A.5 (b); todos os pontos de cor branca foram excluídos da análise.

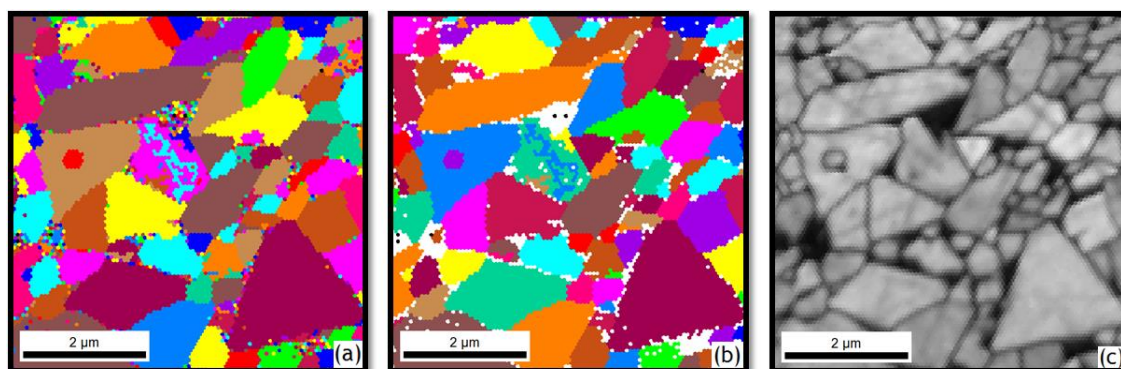


Figura A.5: Mapas dos grãos, em cores aleatórias, (a) antes e (b) depois da definição do tamanho mínimo de grão, e (c) secção do mapa IQ da amostra GD05.

A expansão dos grãos com tamanho superior ao mínimo previamente estabelecido poderia ser efetuada com um número de iterações infinito já que a fração de pontos alterada no mapa segundo este processo seria de aproximadamente 7 % (37964 de 513205). Contudo, desta forma, no mapa final não haveriam pontos excluídos da análise nem por indexar (ver Figura A.6 (b)).

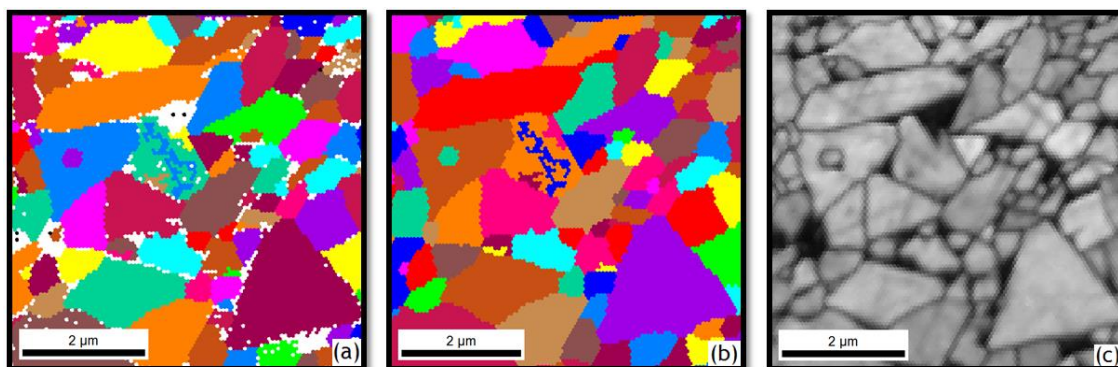


Figura A.6: Mapas dos grãos: em cores aleatórias (a) antes e (b) depois do processo de expansão com número infinito de iterações, e (c) secção do mapa IQ da amostra GD05.

O processo supracitado excluirá as áreas de pontos não indexados onde se encontrava o Co antes da preparação mecânica, aumentando o tamanho médio de grão do WC obtido na análise. Optou-se assim por realizar apenas uma iteração no processo de expansão. O resultado apresentado na Figura A.7 (a) estabelece, desta forma, uma maior correspondência com o mapa IQ da Figura A.7 (c).

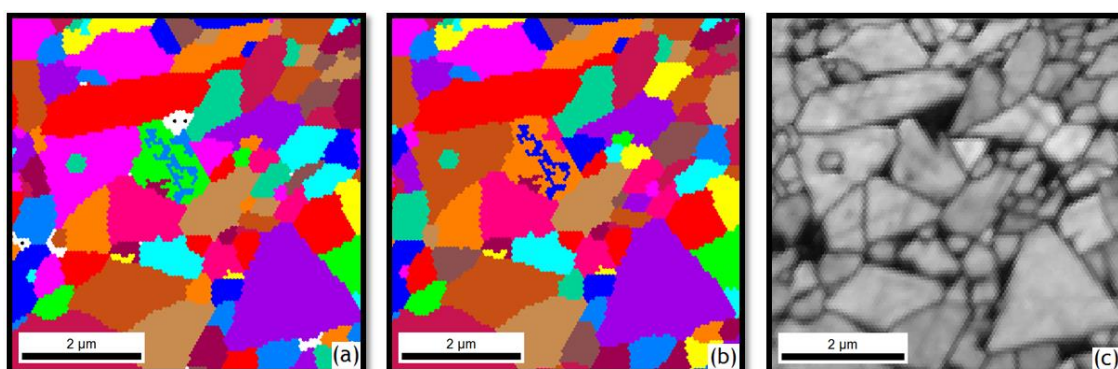


Figura A.7: Mapas dos grãos: em cores aleatórias (a) antes e (b) depois do processo de expansão com uma iteração e (c) secção do mapa IQ da amostra GD05.

Neste processo, apenas foram alterados 35777 pontos entre 513205, correspondendo a um total de aproximadamente 7 %.

A.1.2 Amostra GDX

O gráfico da fração numérica de pontos em função do tamanho de grão em pixels, utilizado para determinar o tamanho mínimo de grão, é apresentado na Figura A.8.

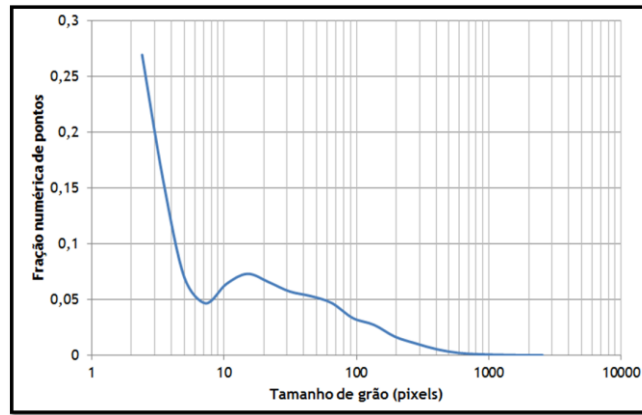


Figura A.8: Gráfico da fração numérica de pontos em função do tamanho de grão em pixels, para o mapa primário da amostra do grau GDX.

O primeiro mínimo do gráfico equivale a um tamanho mínimo de grão aproximadamente igual a 8 pixels. Complementou-se esta análise com a inspeção do mapa EBSD de modo a não eliminar grãos reais da análise. O resultado desta etapa é apresentado na Figura A.9 (b). Os grãos deste mapa foram expandidos, tendo-se obtido o resultado patente na Figura A.9 (c). Foi realizada somente uma iteração pois daí resultou uma alteração de 12,3 % do número de pontos total do mapa.

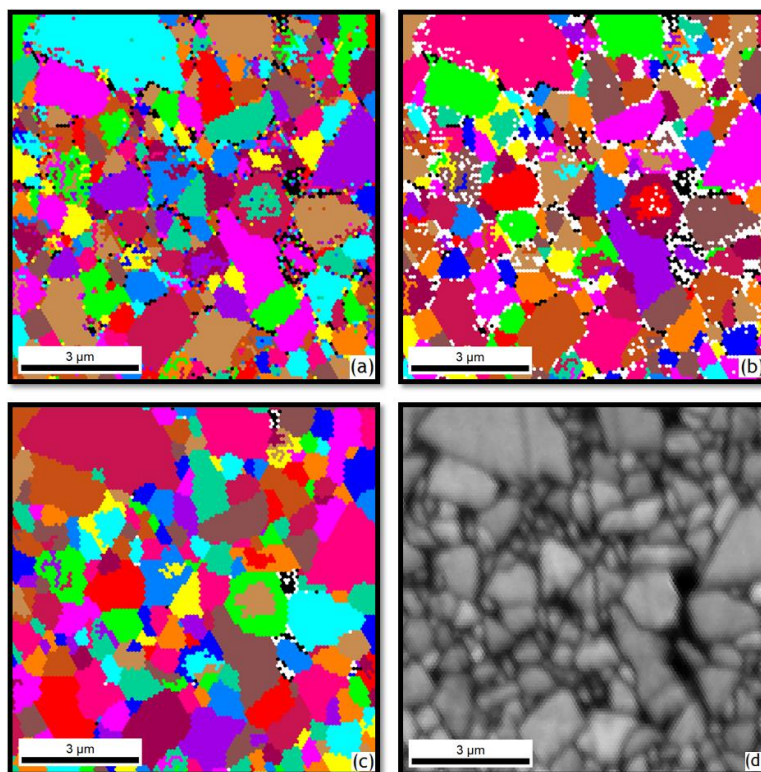


Figura A.9: Mapas dos grãos em cores aleatórias (a) antes e (b) depois da definição do tamanho mínimo de grão, e (c) depois da expansão; (d) secção do mapa IQ da amostra GDX.

A.1.3 Amostra GD08NC

A Figura A.10 apresenta o gráfico da fração numérica de pontos em função do tamanho de grão em pixels utilizado para determinar o tamanho mínimo de grão.

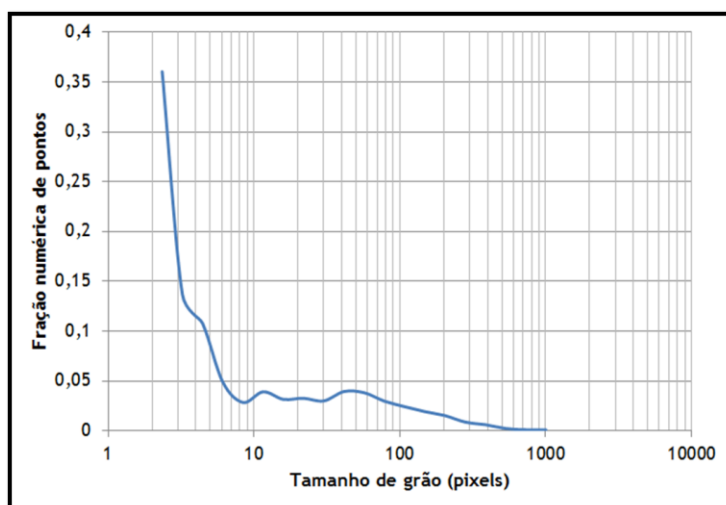


Figura A.10: Gráfico da fração numérica de pontos em função do tamanho de grão em pixels para a delimitação do mapa primário da amostra do grau GD08NC.

O gráfico apresenta o primeiro mínimo igual a 8 pixels. É obrigatória a análise dos mapas em conjunto com o gráfico de modo a contornar a dúvida acerca do valor do tamanho mínimo de grão. Esta revelou a presença de alguns grãos reais com apenas 8 pixels, delimitados por círculos brancos nas Figuras A.11 (a) e (c), mas nenhum com um número de pixels inferior. Optou-se assim por utilizar como tamanho mínimo de grão o valor de 7 pixels.

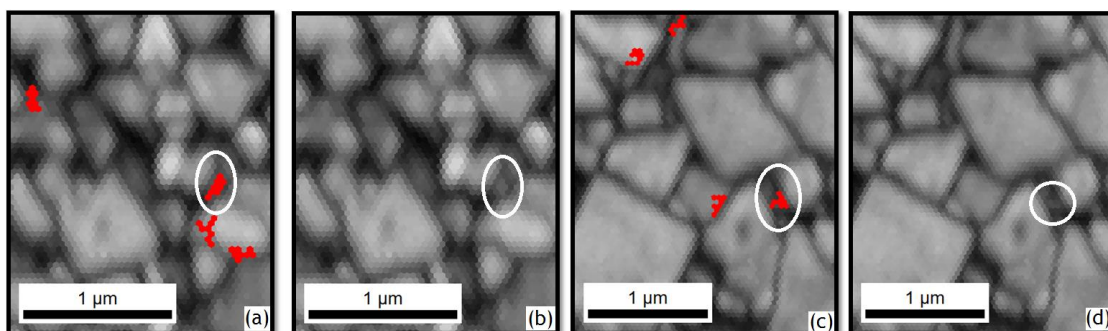


Figura A.11: Secções do mapa IQ utilizadas para definição do tamanho mínimo de grão. Nos mapas (a) e (c), estão representados a vermelho os grãos com tamanho igual a 9 e 8 pixels.

O resultado da definição do tamanho mínimo de grão está apresentado na Figura A.12 (b). Os grãos remanescentes foram expandidos, resultando no mapa apresentado na Figura A.12 (c). O processo de expansão foi realizado com recurso a apenas uma iteração e alterou 14 % dos pontos do mapa.

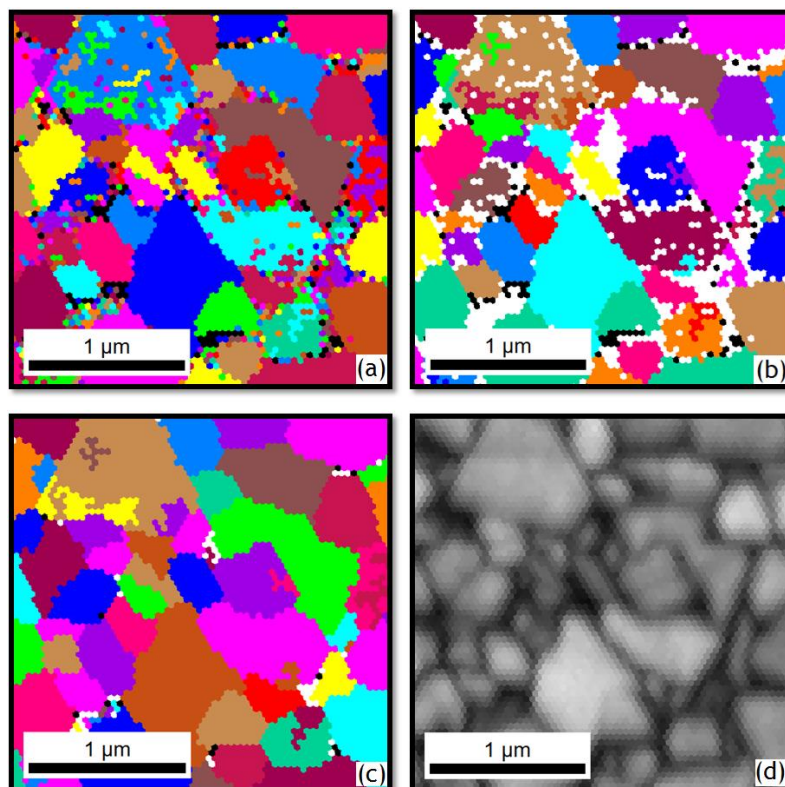


Figura A.12: Mapas dos grãos em cores aleatórias (a) antes e (b) depois da definição do tamanho mínimo de grão e (c) depois da expansão; (d) secção do mapa IQ da amostra GD08NC.

A.2 Mapas das amostras preparadas por polimento iónico

As rotinas de redução de ruído mais pertinentes para os mapas das amostras preparadas por polimento iónico são apresentadas nesta secção.

A.2.1 Amostra GD05 preparada segundo a rotina RPI (I)

O gráfico da fração numérica de pontos em função do tamanho de grão em pixéis, utilizado para estabelecer o tamanho mínimo de grão, apresentado na Figura A.13.

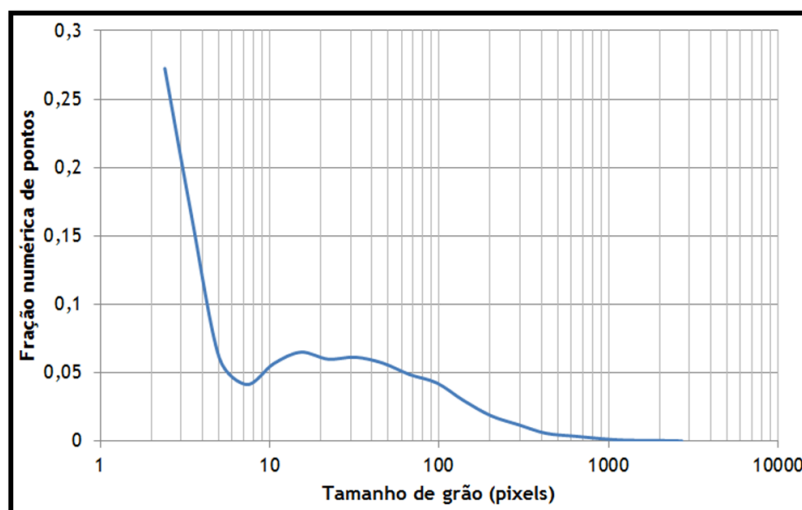


Figura A.13: Gráfico da fração numérica de pontos em função do tamanho de grão em pixels, do mapa da amostra GD05 preparada segundo a rotina RPI (I).

De acordo com o gráfico da Figura A.13, o primeiro mínimo encontra-se entre 7 e 8 pixels. Na análise conjunta com os mapas de EBSD não foram encontrados grãos reais para nenhum dos tamanhos referidos. Por este motivo, considerou-se um tamanho mínimo de grão igual a 8 pixels. A Figura A.14 (b) apresenta o resultado desta etapa. Os grãos sobrantes foram expandidos de modo a obter um mapa mais fiel à realidade (ver Figuras A.14 (c) e (d)). Neste processo efetuou-se apenas uma iteração, registrando-se uma mudança de 9,4 % dos pontos.

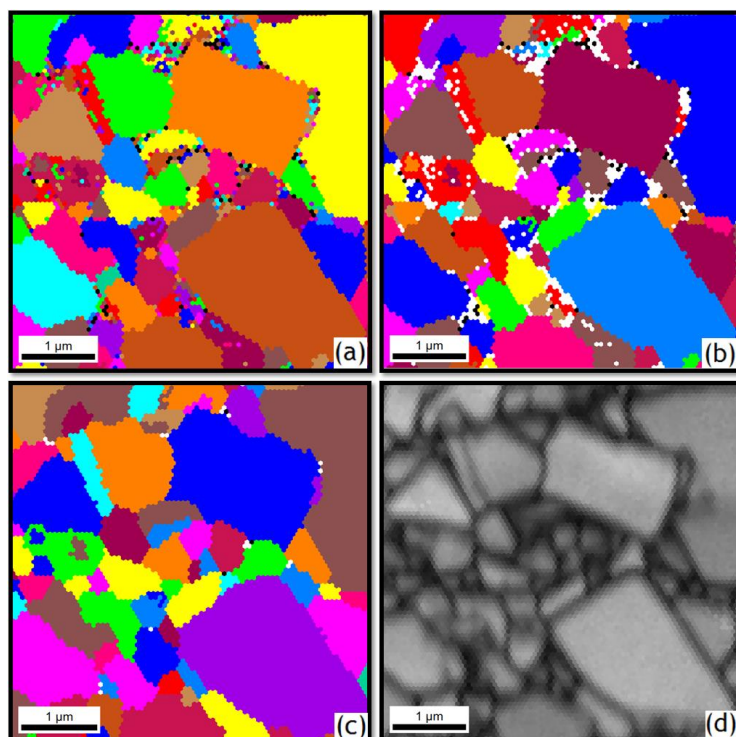


Figura A.14: Mapas representativos dos grãos (a) antes e (b) depois da definição do tamanho mínimo de grão e (c) depois da realização da expansão; (d) mapa IQ da mesma área da amostra GD05 preparada segundo a rotina RPI (I).

A.2.2 Amostra GDX preparada segundo a rotina RPI (I)

O gráfico da fração numérica de pontos em função do tamanho de grão em pixels é representado na Figura A.15.

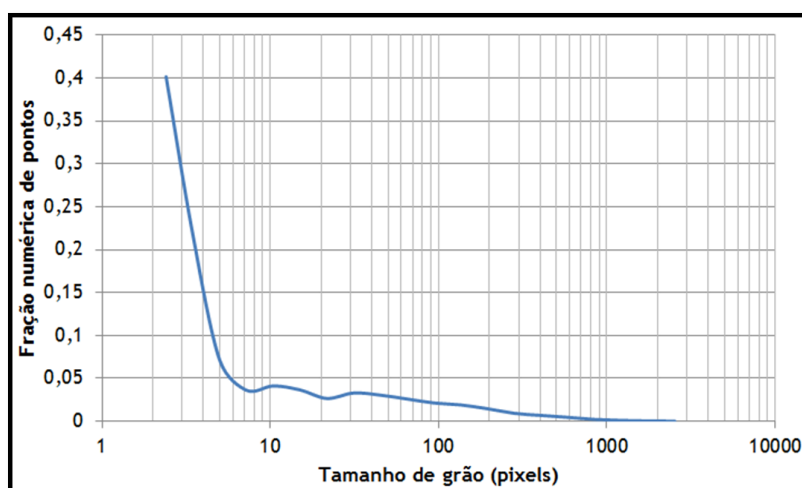


Figura A.15: Gráfico da fração numérica de pontos em função do tamanho de grão em pixels para o mapa da amostra GDX preparada de acordo com a rotina de polimento iônico, RPI (I).

Mais uma vez, o primeiro mínimo está situado entre 7 e 8 pixels. Na análise conjunta com os mapas de EBSD, não foram encontrados grãos com aqueles

tamanhos. Por isso, selecionou-se 8 pixels para o tamanho mínimo de grão. O resultado desta etapa é apresentado na Figura A.16 (b). Os grãos remanescentes foram expandidos, dando origem ao mapa da Figura A.16 (c), mais consentâneo com o mapa IQ da mesma área. No processo de expansão foi utilizada apenas uma iteração, verificando-se uma alteração de aproximadamente 14 % dos pontos do mapa.

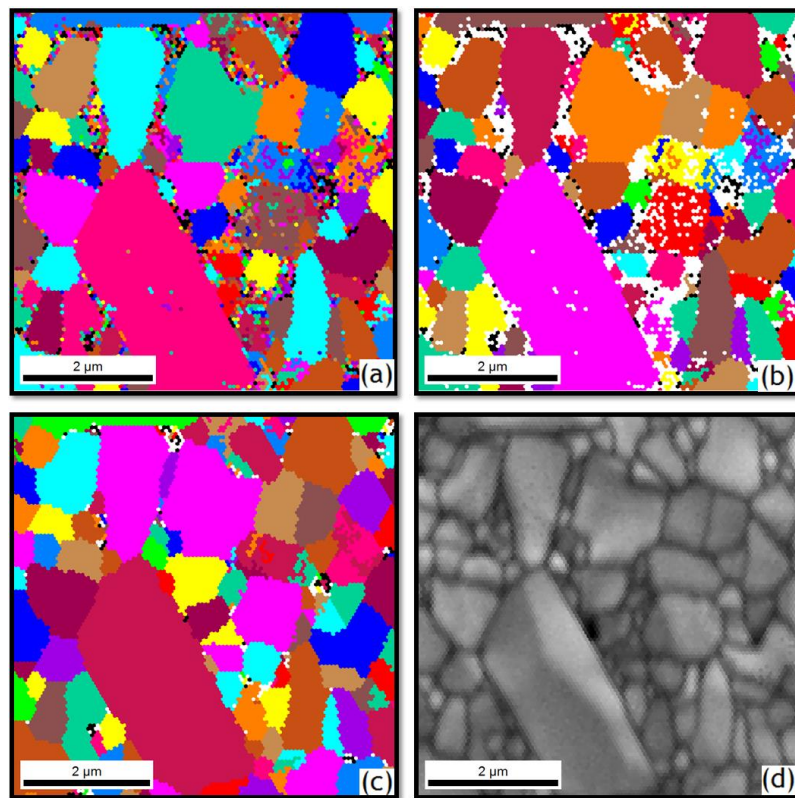


Figura A.16: Mapas representativos dos grãos (a) antes e (b) depois da definição do tamanho mínimo de grão, e (c) depois da realização da expansão; (d) mapa IQ da mesma área da amostra GDX preparada de acordo com a rotina RPI (I).

A.2.3 Amostra GD05 preparada segundo a rotina RPI (II)

Na Figura A.17 está representado o gráfico da fração numérica de pontos em função do tamanho de grão em pixels, utilizado para a determinação do tamanho mínimo de grão.

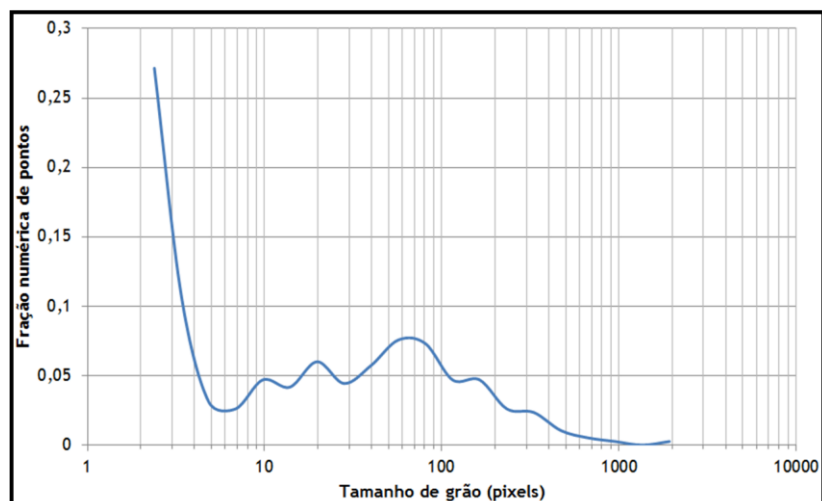


Figura A.17: Gráfico da fração numérica de pontos em função do tamanho de grão em pixels do mapa indexado a partir da amostra GD05 preparada segundo a rotina RPI (II).

De acordo com o gráfico da Figura A.17, o mínimo está situado entre 5 e 7 pixels. Depois da análise dos mapas, concluiu-se que não existiam grãos reais compreendidos neste intervalo, pelo que foi adotado um tamanho mínimo de grão igual a 7 pixels. O resultado desta definição está apresentado na Figura A.18 (b). Os grãos remanescentes foram expandidos, originando o mapa patente na Figura A.18 (c). Neste processo utilizou-se apenas uma iteração, resultando na mudança de 7 % dos pontos presentes.

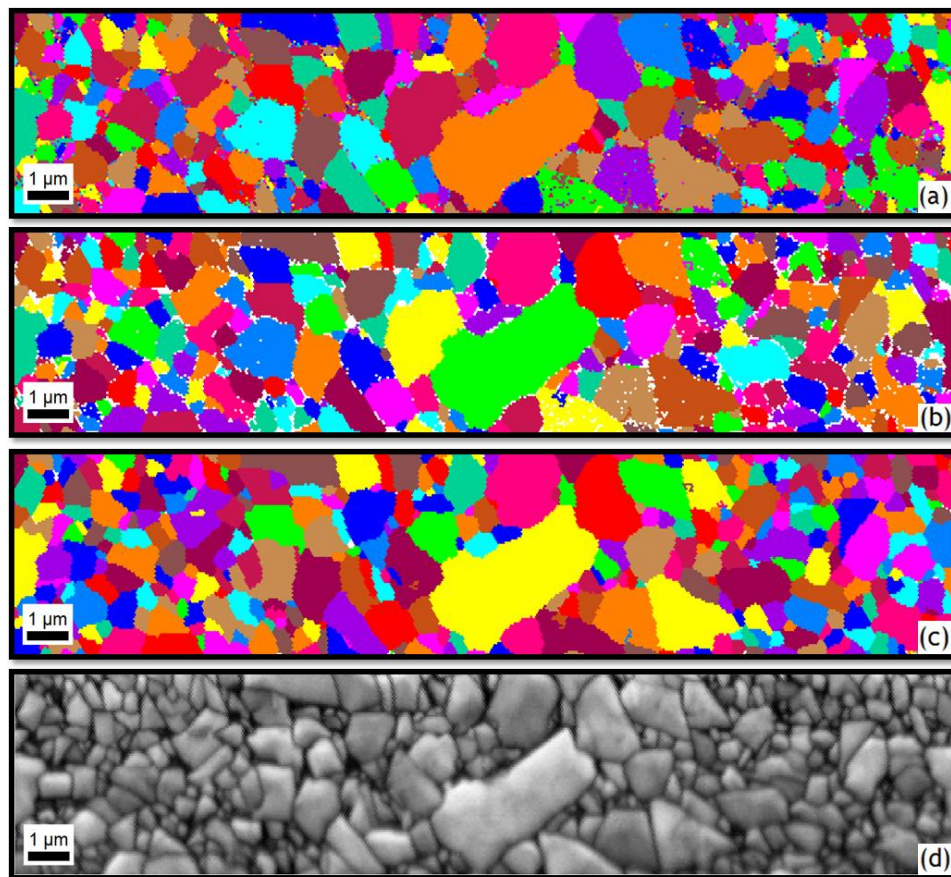


Figura A.18: Mapas dos grãos em cores aleatórias (a) antes e (b) depois da definição do tamanho mínimo de grão, e (c) depois da expansão; (d) secção do mapa IQ da amostra GD05 preparada segundo a rotina RPI (II).

B. Qualidade e fiabilidade dos mapas

B.1 Parâmetro da qualidade da imagem das amostras preparadas por polimento mecânico

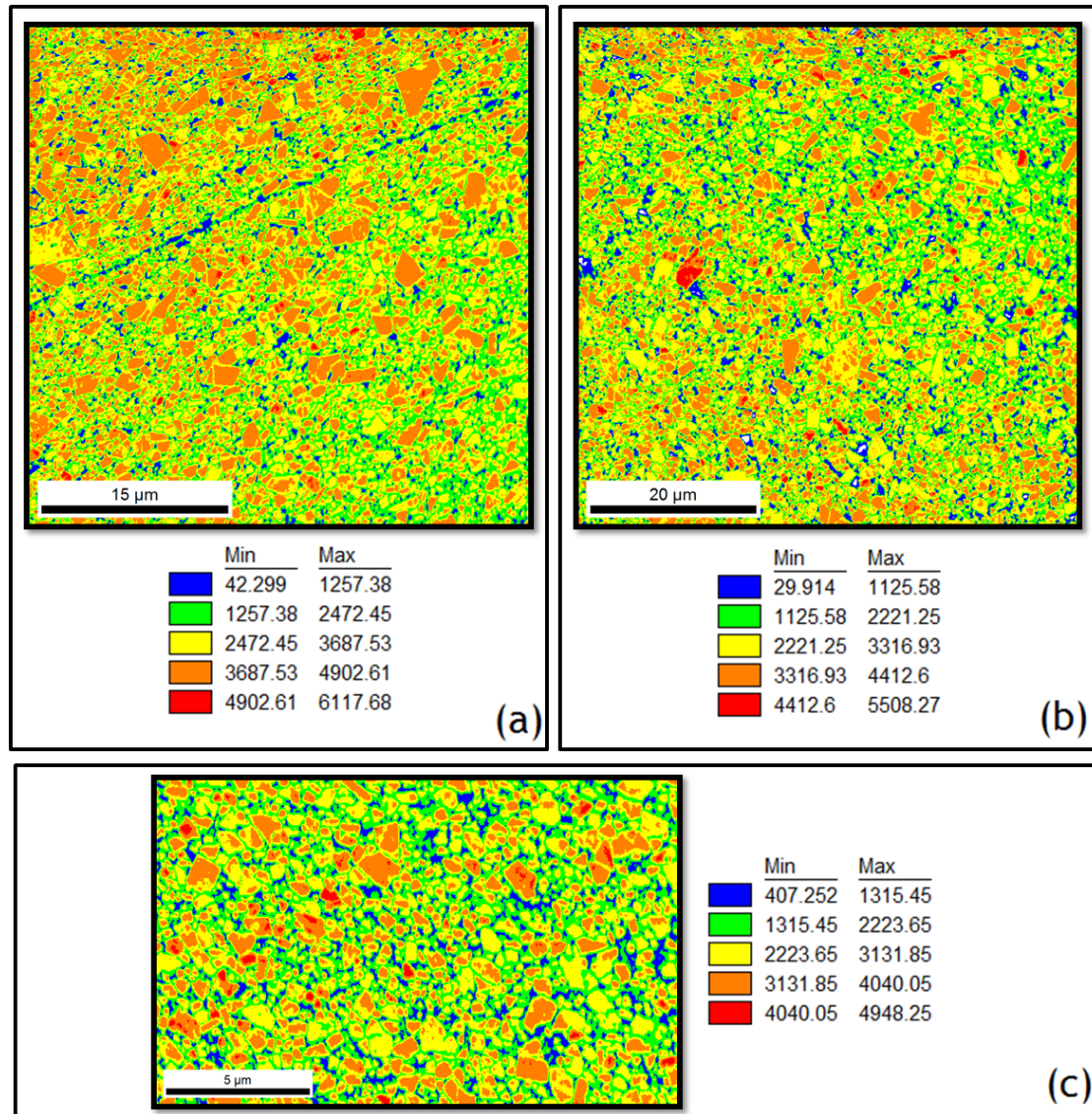


Figura B.1: Mapas IQ das amostras (a) GD05; (b) GDX e (c) GD08NC preparadas mecanicamente.

Tabela B.1: Análise quantitativa do parâmetro de qualidade de imagem dos pontos do mapa da Figura B.1 (a).






Cor	Parâmetro da qualidade de imagem		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	42.299	1257,38	0,046
	1257,38	2472,45	0,243
	2472,45	3687,53	0,412
	3687,53	4902,61	0,293
	4902,61	6117,68	0,006

Tabela B.2: Análise quantitativa do parâmetro de qualidade de imagem dos pontos do mapa da Figura B.1 (b).











Cor	Parâmetro da qualidade de imagem		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	29,914	1125,58	0,068
	1125,58	2221,25	0,283
	2221,25	3316,93	0,433
	3316,93	4412,60	0,206
	4412,60	5508,27	0,008






Tabela B.3: Estudo quantitativo do parâmetro de qualidade de imagem dos pontos do mapa da Figura B.1 (c).

Cor	Parâmetro da qualidade de imagem		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	407,252	1315,45	0,085
	1315,45	2223,65	0,312
	2223,65	3131,85	0,396
	3131,85	4040,05	0,197
	4040,05	4948,25	0,010

B.2 Índice de confiança das amostras preparadas mecanicamente

Tabela B.4: Estudo quantitativo do índice de confiança dos pontos do mapa da

Figura 19.

Cor	Índice de confiança		Fração de pontos					
	Mínimo	Máximo	Figura 19 (a.1)	Figura 19 (a.2)	Figura 19 (b.1)	Figura 19 (b.2)	Figura 19 (c.1)	Figura 19 (c.2)
	0	0,1942	0,281	0,019	0,575	0,110	0,610	0,126
	0,1942	0,3884	0,206	0,039	0,262	0,263	0,242	0,238
	0,3884	0,5826	0,226	0,150	0,140	0,430	0,123	0,353
	0,5826	0,7768	0,121	0,092	0,010	0,083	0,013	0,136
	0,7768	0,971	0,166	0,699	0,007	0,109	0,006	0,141

B.3 Parâmetro de ajustamento das amostras preparadas mecanicamente

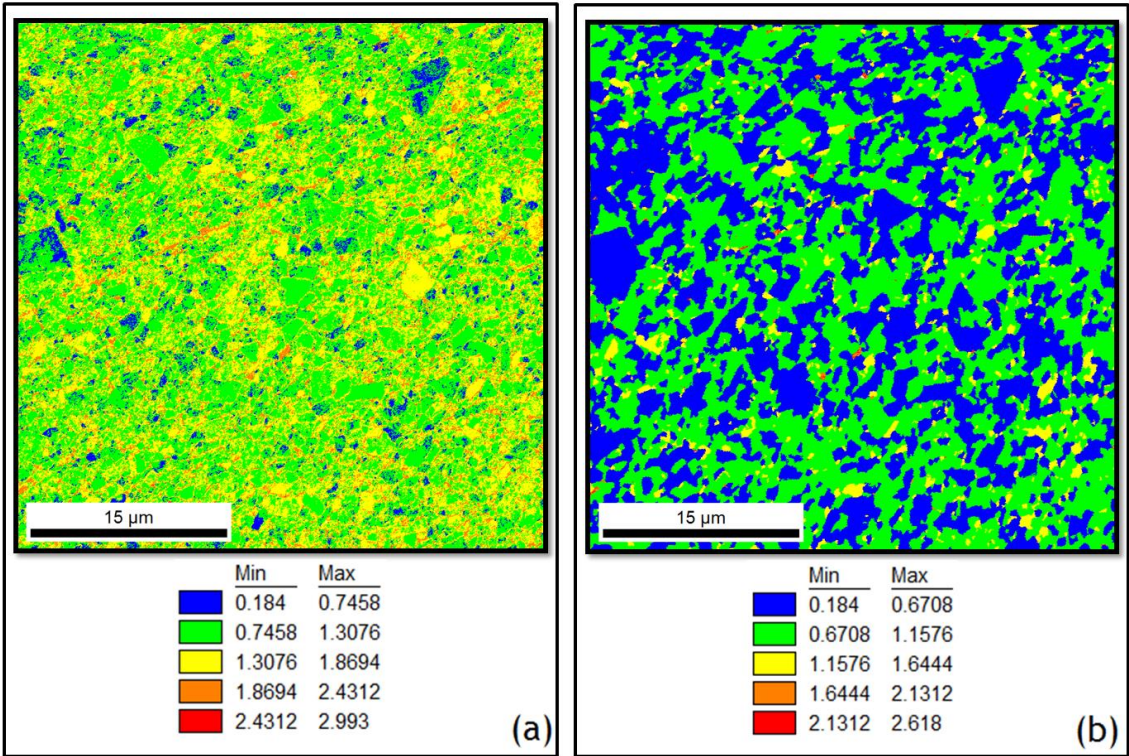


Figura B.2: Mapas da distribuição do parâmetro de ajustamento (a) antes e (b) depois de efetuada a padronização na amostra GD05.

Tabela B.5: Análise quantitativa do parâmetro de ajustamento dos pontos do mapa da Figura B.2 (a).











Cor	Parâmetro de ajustamento (°)		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	0,184	0,7458	0,053
	0,7458	1,3076	0,499
	1,3076	1,8694	0,361
	1,8694	2,4312	0,085
	2,4312	2,993	0,001

Tabela B.6: Análise quantitativa do parâmetro de ajustamento dos pontos do mapa da Figura B.2 (b).

Cor	Parâmetro de ajustamento (°)		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	0,184	0,6708	0,447
	0,6708	1,1576	0,500
	1,1576	1,6444	0,050
	1,6444	2,1312	0,003
	2,1312	2,618	0,001

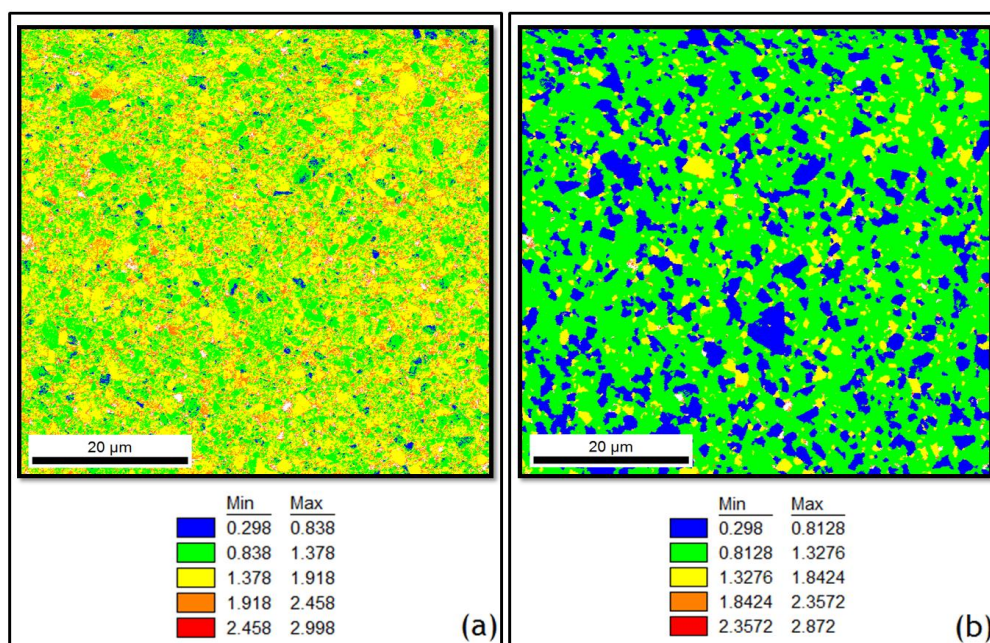


Figura B.3: Mapas da distribuição do parâmetro de ajustamento (a) antes e (b) depois de efetuada a padronização na amostra GDX.

Tabela B.7: Análise quantitativa do parâmetro de ajustamento dos pontos do mapa da Figura B.3 (a).











Cor	Parâmetro de ajustamento (°)		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	0,298	0,838	0,016
	0,838	1,378	0,333
	1,378	1,918	0,490
	1,918	2,458	0,132
	2,458	2,998	0,002

Tabela B.8: Análise qualitativa do parâmetro de ajustamento dos pontos do mapa da Figura B.3 (b).

Cor	Parâmetro de ajustamento (°)		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	0,298	0,8128	0,230
	0,8128	1,3276	0,674
	1,3276	1,8424	0,082
	1,8424	2,3572	0,006
	2,3572	2,872	0,001

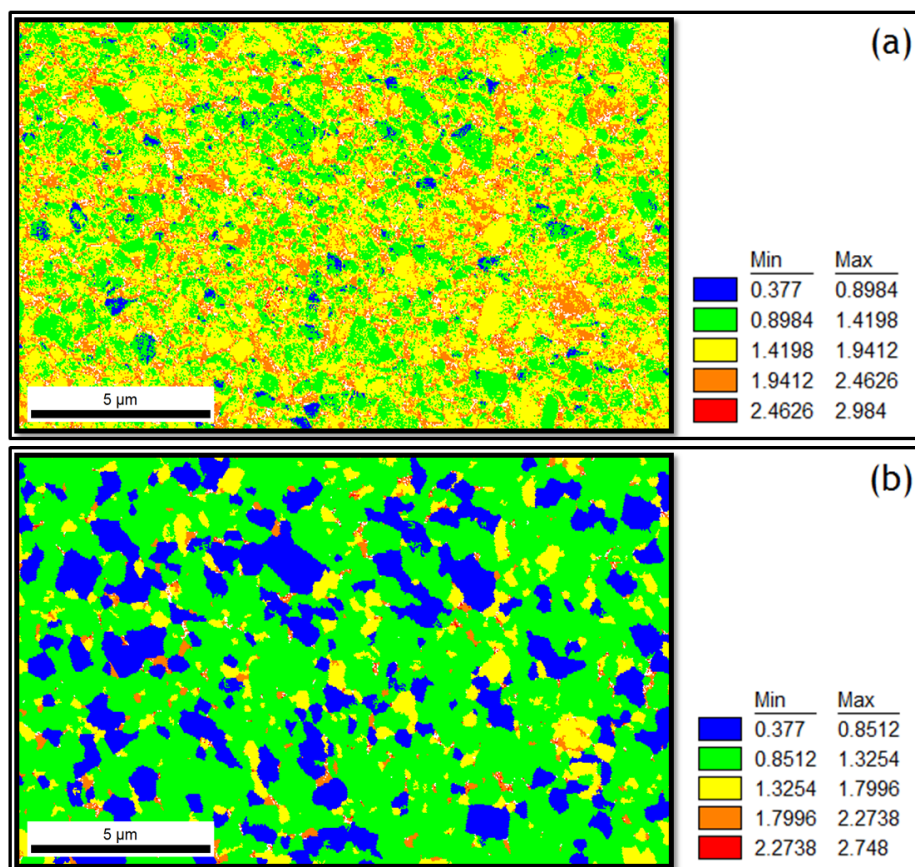


Figura B.4: Mapas da distribuição do parâmetro de ajustamento (a) antes e (b) depois da padronização deste índice, na amostra GD08NC.

Tabela B.9: Análise qualitativa do parâmetro de ajustamento dos pontos do mapa da Figura B.4 (a).











Cor	Parâmetro de ajustamento (°)		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	0,377	0,8984	0,018
	0,8984	1,4198	0,305
	1,4198	1,9412	0,472
	1,9412	2,4626	0,172
	2,4626	2,984	0,003

Tabela B.10: Análise quantitativa do parâmetro de ajustamento dos pontos do mapa da Figura B.4 (b).

Cor	Parâmetro de ajustamento (°)		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	0,377	0,8512	0,233
	0,8512	1,3254	0,641
	1,3254	1,7996	0,093
	1,7996	2,2738	0,025
	2,2738	2,748	0,002

B.4 Parâmetro da qualidade da imagem das amostras preparadas por polimento iônico

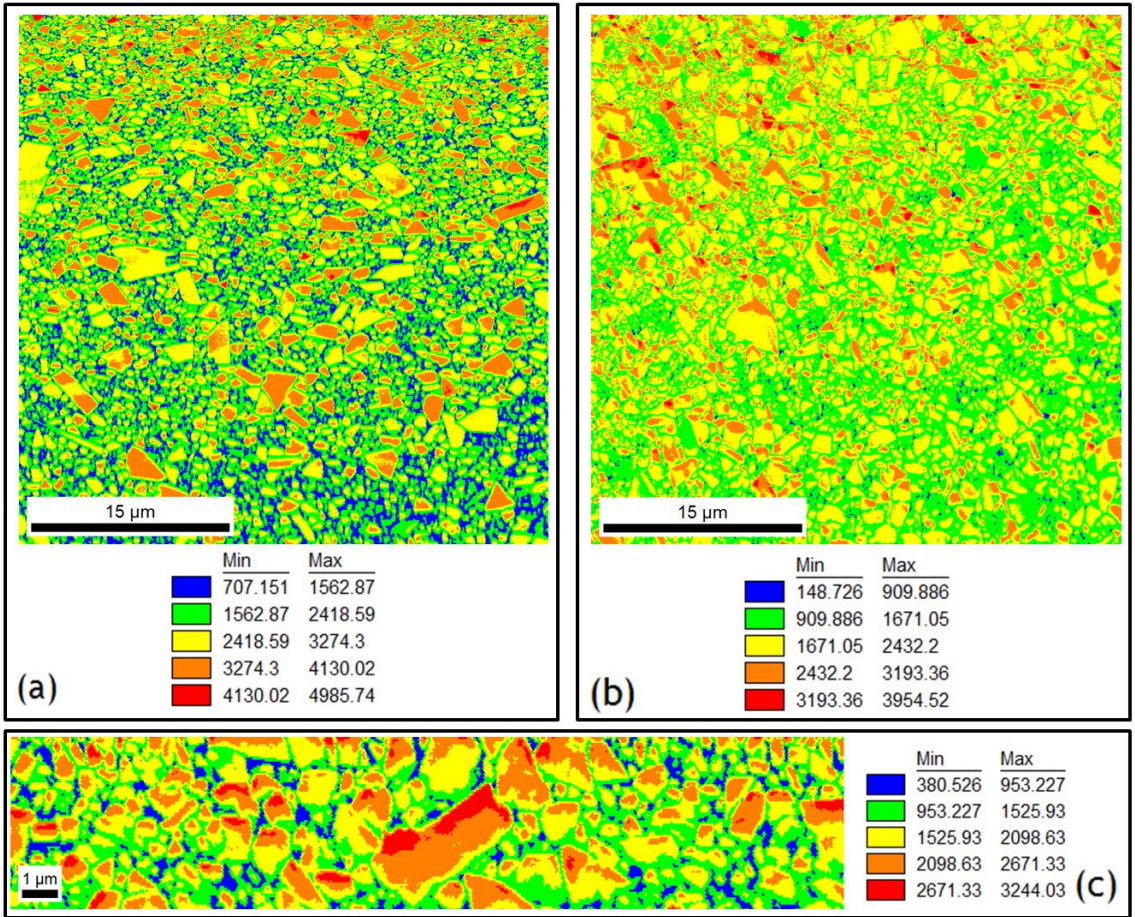


Figura B.5: Mapas do IQ das amostras: (a) GD05 preparada por RPI (I); (b) GDX preparada por RPI (I) e (c) GD05 preparada por RPI (II).

Tabela B.11: Análise quantitativa do parâmetro de qualidade da imagem dos pontos do mapa da Figura B.5 (a).






Cor	Parâmetro da qualidade de imagem		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	707,151	1562,87	0,137
	1562,87	2418,59	0,401
	2418,59	3274,3	0,330
	3274,3	4130,02	0,128
	4130,02	4985,74	0,003

Tabela B.12: Análise quantitativa do parâmetro de qualidade da imagem dos pontos do mapa da Figura B.5 (b).











Cor	Parâmetro da qualidade de imagem		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	148,726	909,886	0,008
	909,886	1671,05	0,371
	1671,05	2432,2	0,486
	2432,2	3193,36	0,126
	3193,36	3954,52	0,008

Tabela B.13: Análise quantitativa do parâmetro de qualidade da imagem dos pontos do mapa da Figura B.5 (c).

Cor	Parâmetro da qualidade de imagem		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	380,526	953,227	0,076
	953,227	1525,93	0,305
	1525,93	2098,63	0,379
	2098,63	2671,33	0,209
	2671,33	3244,03	0,031

B.5 Índice de confiança das amostras preparadas mecanicamente

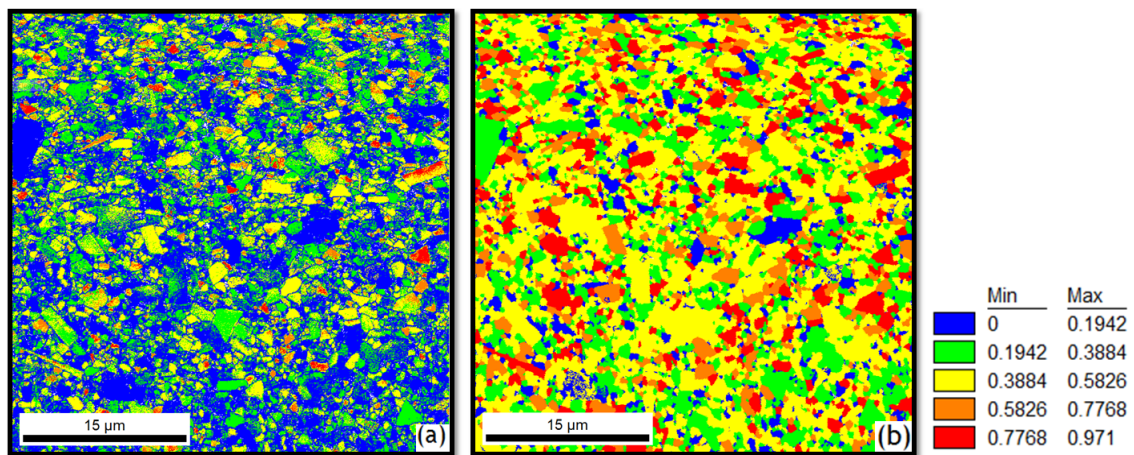


Figura B.6: Mapas do índice de confiança da amostra GD05 preparada segundo a rotina RPI (I), (a) antes e (b) depois da padronização deste índice.

Tabela B. 14: Análise quantitativa do índice de confiança dos pontos do mapa da Figura B.6 (a).











Cor	Índice de confiança		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	0	0,1942	0,482
	0,1942	0,3884	0,258
	0,3884	0,5826	0,205
	0,5826	0,7768	0,025
	0,7768	0,971	0,016

Tabela B.15: Análise quantitativa do índice de confiança dos pontos do mapa da Figura B.6 (b).

Cor	Índice de confiança		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	0	0,1942	0,094
	0,1942	0,3884	0,226
	0,3884	0,5826	0,437
	0,5826	0,7768	0,111
	0,7768	0,971	0,131

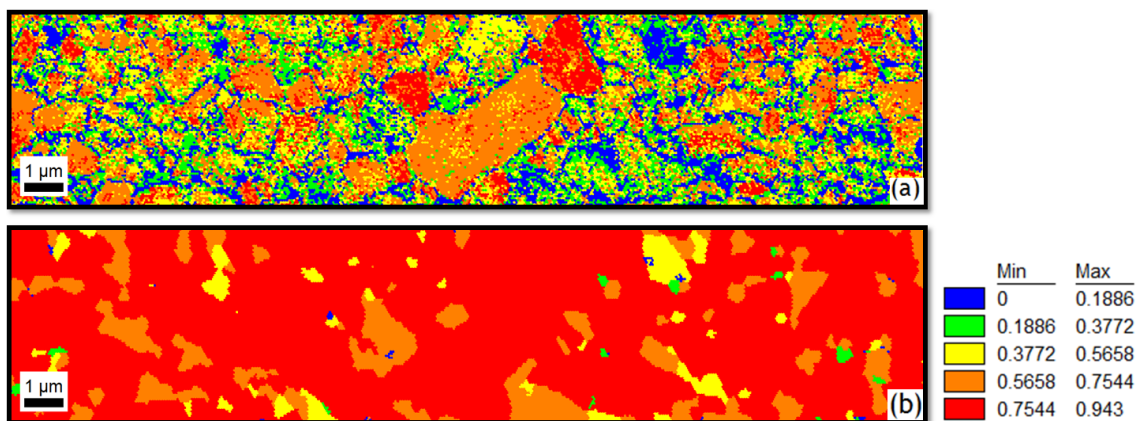


Figura B.7: Mapas do índice de confiança da amostra GD05 preparada segundo a rotina RPI (II), (a) antes e (b) depois da padronização do CI.

Tabela B.16: Análise quantitativa do índice de confiança dos pontos do mapa da Figura B.7 (a).











Cor	Índice de confiança		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	0	0,1886	0,198
	0,1886	0,3772	0,194
	0,3772	0,5658	0,207
	0,5658	0,7544	0,295
	0,7544	0,943	0,105

Tabela B.17: Análise quantitativa do índice de confiança dos pontos do mapa da Figura B.7 (b).

Cor	Índice de confiança		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	0	0,1886	0,002
	0,1886	0,3772	0,006
	0,3772	0,5658	0,042
	0,5658	0,7544	0,144
	0,7544	0,943	0,807

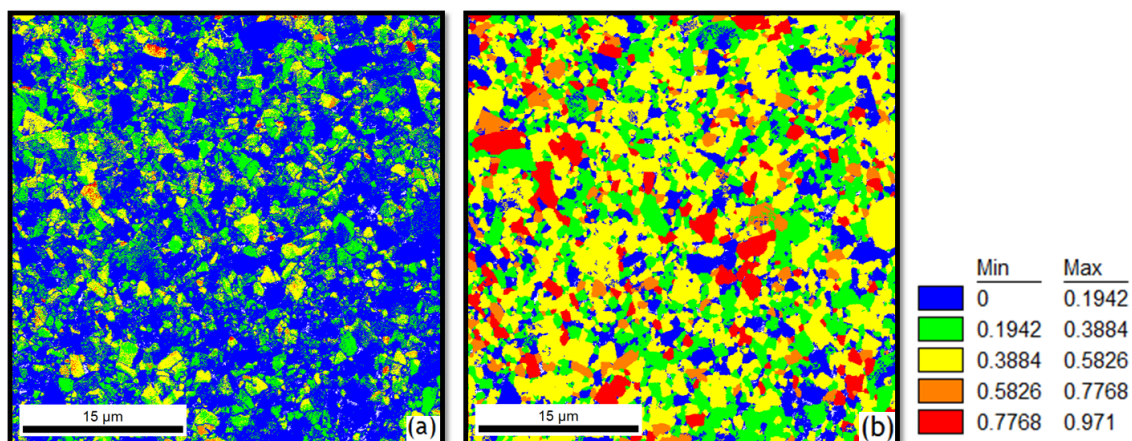


Figura B.8: Mapas do índice de confiança da amostra GDX preparada segundo a rotina RPI (I), (a) antes e (b) depois da padronização do CI.

Tabela B.18: Análise quantitativa do índice de confiança dos pontos do mapa da Figura B.8 (a).











Cor	Índice de confiança		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	0	0,1942	0,609
	0,1942	0,3884	0,246
	0,3884	0,5826	0,126
	0,5826	0,7768	0,007
	0,7768	0,971	0,004

Tabela B.19: Análise quantitativa do índice de confiança dos pontos do mapa da Figura B.8 (b).

Cor	Índice de confiança		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	0	0,1942	0,182
	0,1942	0,3884	0,259
	0,3884	0,5826	0,396
	0,5826	0,7768	0,063
	0,7768	0,971	0,091

B.6 Parâmetro de ajustamento das amostras preparadas por polimento iônico

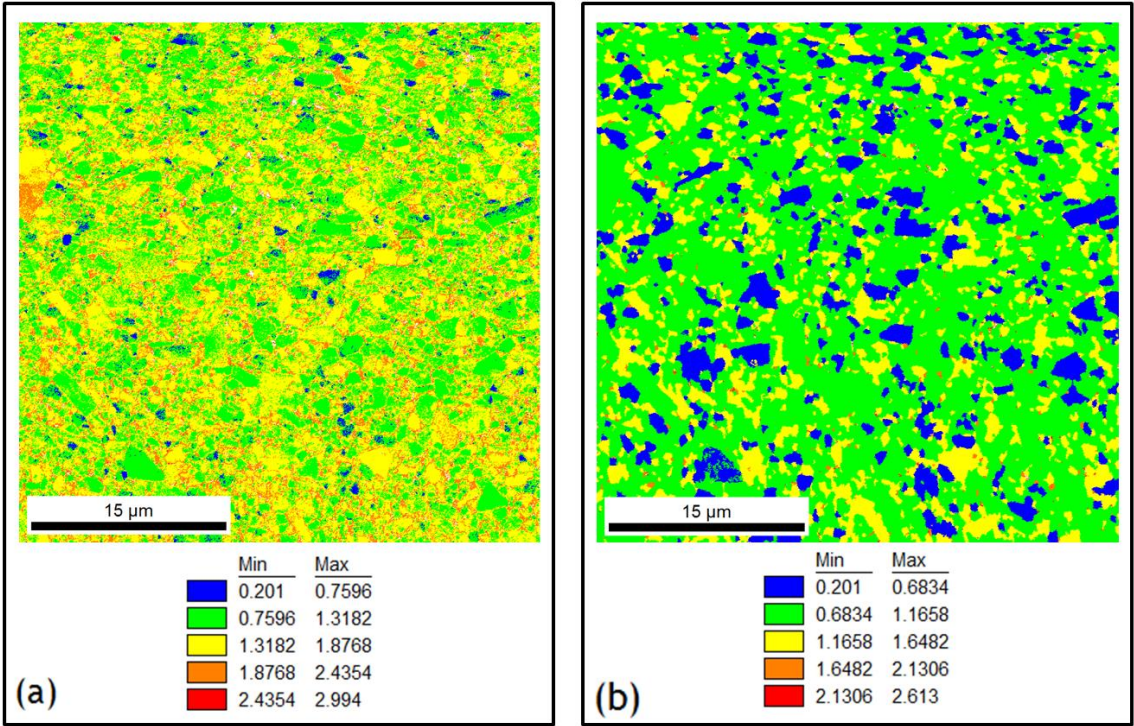


Figura B.9: Mapas do parâmetro de ajustamento da amostra GD05 preparada de acordo com a rotina de polimento RPI (I), (a) antes e (b) depois da padronização do FIT.

Tabela B.20: Análise quantitativa do parâmetro de ajustamento dos pontos do mapa da Figura B.9 (a).











Cor	Parâmetro de ajustamento (°)		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	0,201	0,7596	0,018
	0,7596	1,3182	0,355
	1,3182	1,8768	0,484
	1,8768	2,4354	0,126
	2,4354	2,994	0,002

Tabela B.21: Análise quantitativa do parâmetro de ajustamento dos pontos do mapa da Figura B.9 (b).

Cor	Parâmetro de ajustamento (°)		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	0,201	0,6834	0,146
	0,6834	1,1658	0,646
	1,1658	1,6482	0,196
	1,6482	2,1306	0,008
	2,1306	2,613	0,002

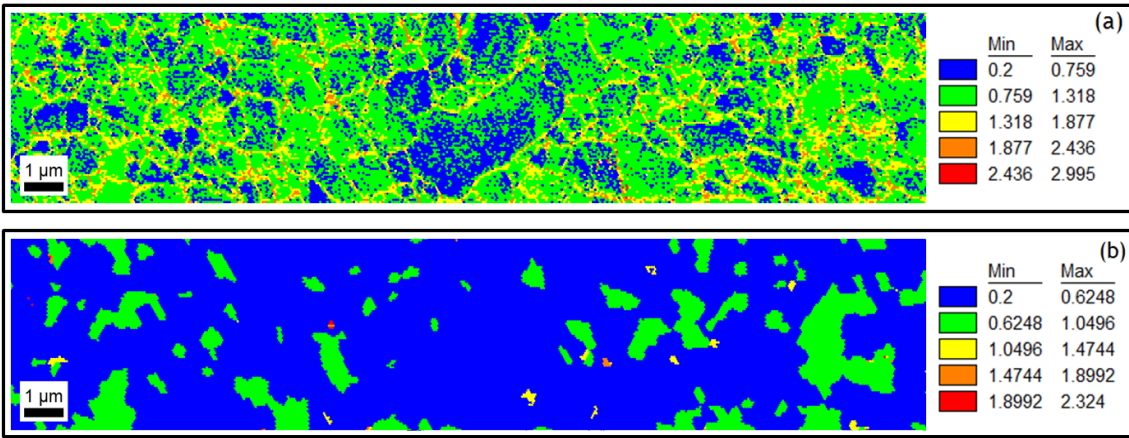


Figura B.10: Mapas do parâmetro de ajustamento da amostra GD05 preparada segundo a rotina RPI (II), (a) antes e (b) depois da padronização do FIT.

Tabela B.22: Análise qualitativa do parâmetro de ajustamento dos pontos do mapa da Figura B.10 (a).











Cor	Parâmetro de ajustamento (°)		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	0,2	0,759	0,243
	0,759	1,318	0,564
	1,318	1,877	0,159
	1,877	2,436	0,033
	2,436	2,995	0,001

Tabela B.23: Análise qualitativa do parâmetro de ajustamento dos pontos do mapa da Figura B.10 (b).

Cor	Parâmetro de ajustamento (°)		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	0,2	0,6248	0,832
	0,6248	1,0496	0,163
	1,0496	1,4744	0,004
	1,4744	1,8992	0,001
	1,8992	2,324	0,000

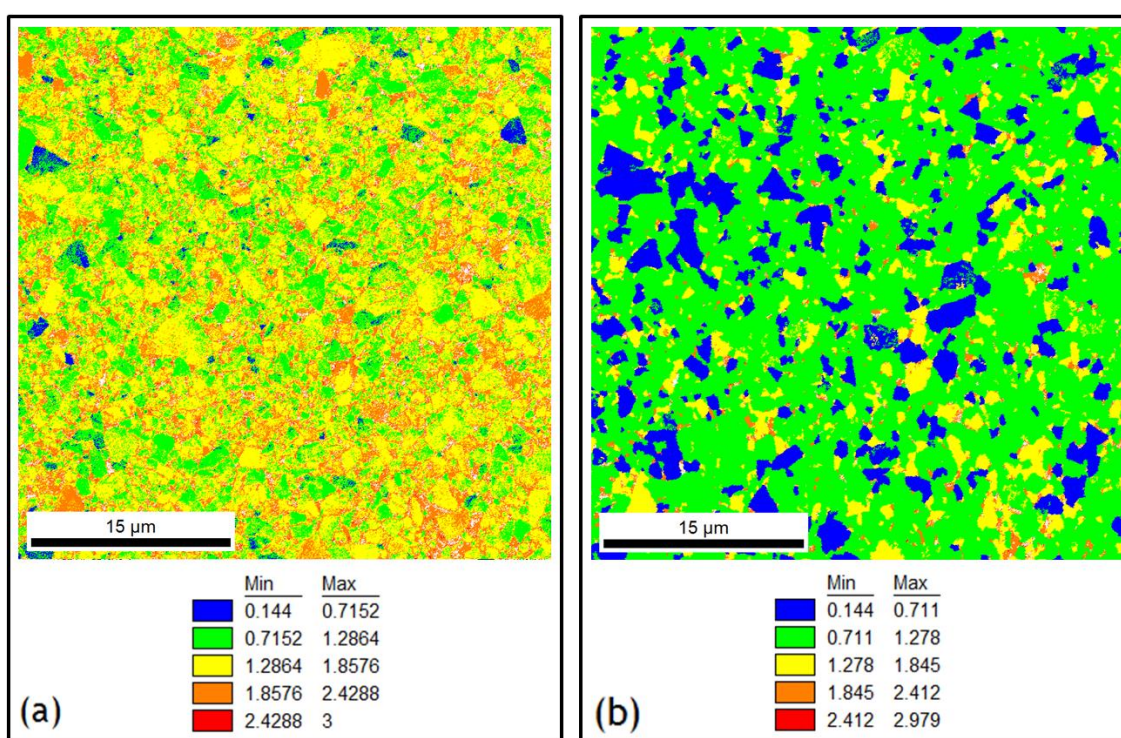


Figura B.11: Mapas da amostra GDX preparada segundo a rotina RPI (I), (a) antes e (b) depois da padronização do FIT.

Tabela B.24: Análise quantitativa do parâmetro de ajustamento dos pontos do mapa da Figura B.11 (a).











Cor	Parâmetro de ajustamento (°)		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	0,1440	0,7152	0,014
	0,7152	1,2864	0,242
	1,2864	1,8576	0,507
	1,8576	2,4288	0,204
	2,4288	3,0000	0,004

Tabela B.25: Análise quantitativa do parâmetro de ajustamento dos pontos do mapa da Figura B.11 (b).

Cor	Parâmetro de ajustamento (°)		Fração de pontos
	Mínimo	Máximo	
	0,144	0,711	0,166
	0,711	1,278	0,680
	1,278	1,845	0,118
	1,845	2,412	0,027
	2,412	2,979	0,001

C. Influência das fronteiras $\Sigma 2$ na distribuição do tamanho de grão

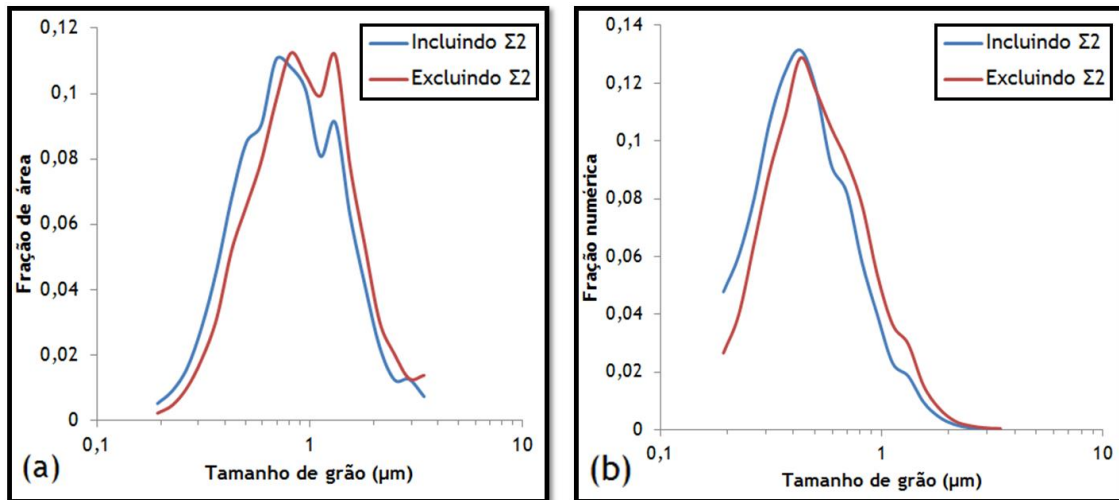


Figura C.1: Distribuição da (a) fração de área e (b) fração numérica em função do tamanho de grão, para o mapa da amostra GD05 preparada mecanicamente.

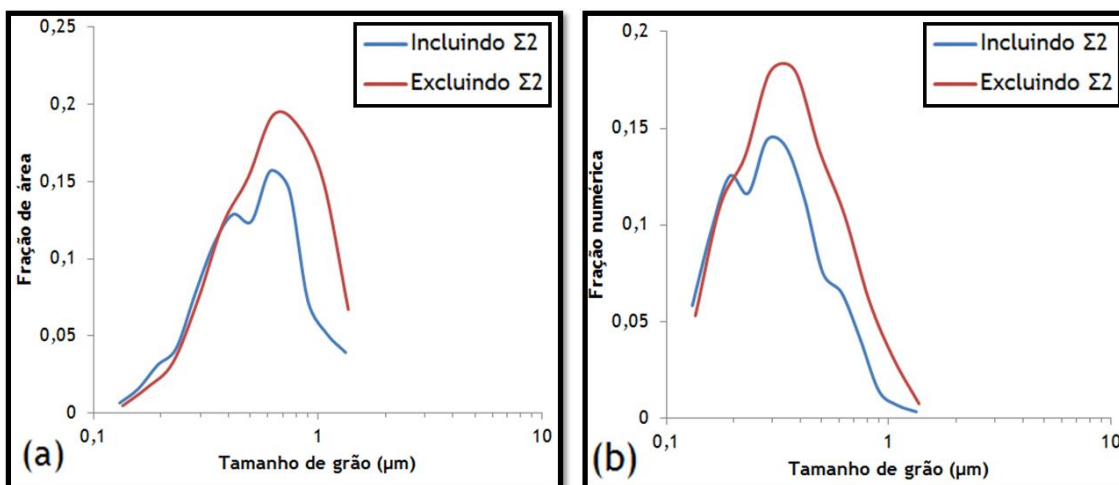


Figura C.2: Distribuição da (a) fração de área e (b) fração numérica em função do tamanho de grão, para o mapa da amostra GD08NC preparada mecanicamente.

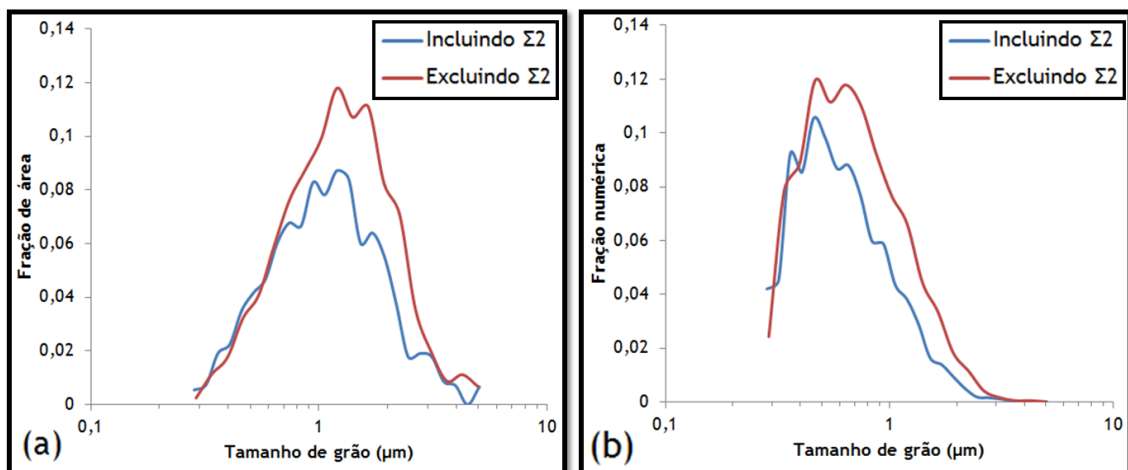


Figura C.3: Distribuição da (a) fração de área e (b) fração numérica em função do tamanho de grão, para o mapa da amostra GDX preparada mecanicamente

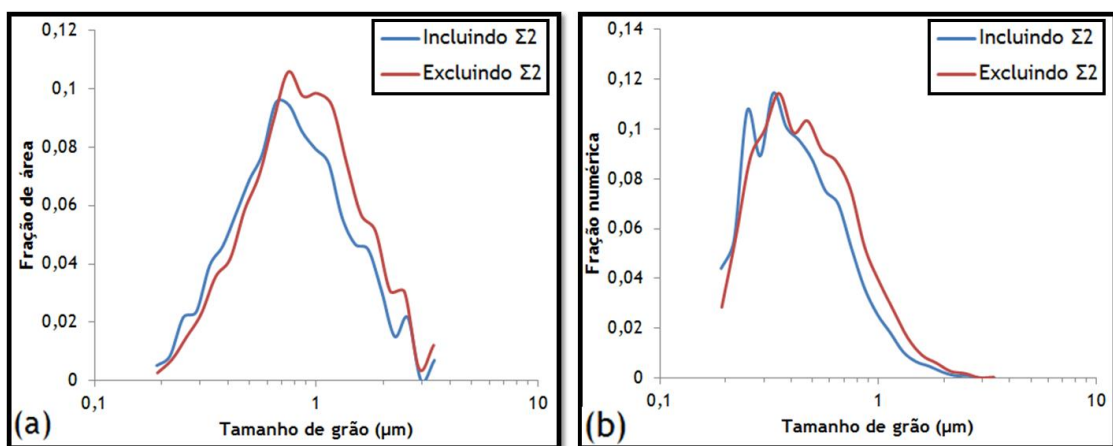


Figura C.4: Distribuição da (a) fração de área e (b) fração numérica do tamanho de grão, para o mapa da amostra GD05 preparada de acordo com a rotina RPI (I).

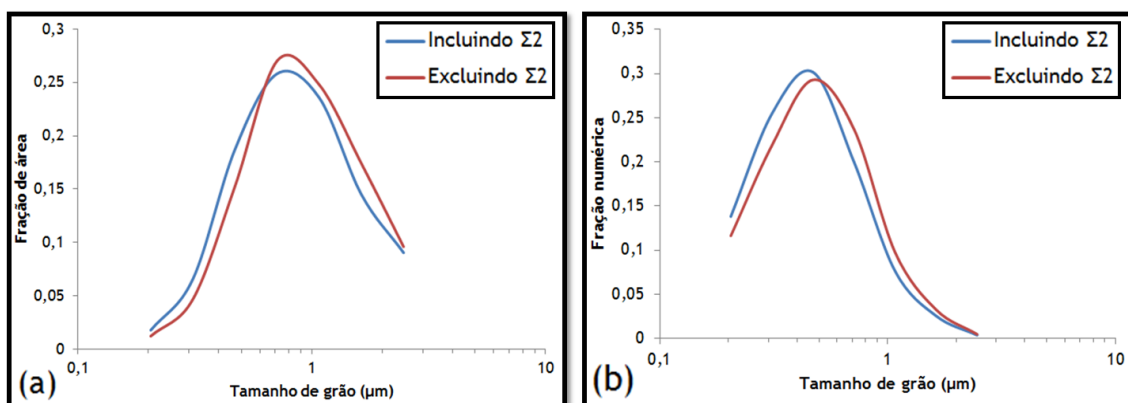


Figura C.5: Distribuição da (a) fração de área e (b) fração numérica do tamanho de grão, para o mapa da amostra GD05 preparada de acordo com a rotina RPI (II).

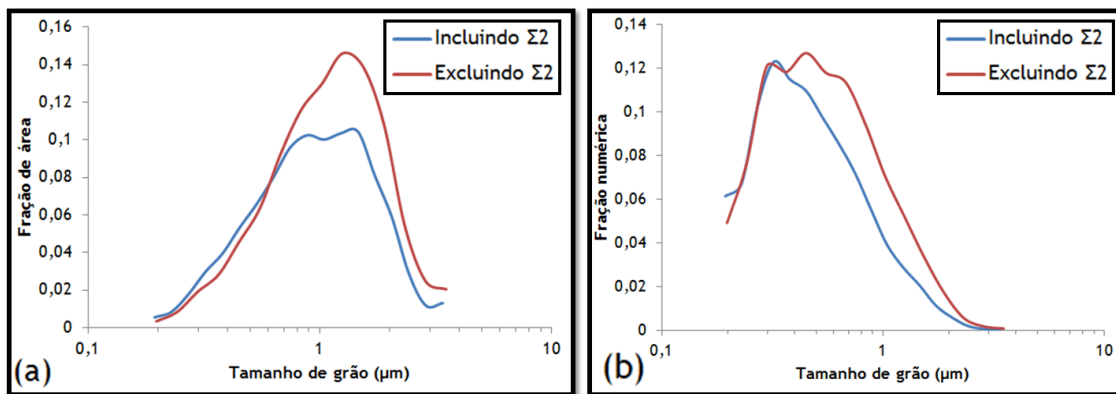


Figura C.6: Distribuição da (a) fração de área e (b) fração numérica do tamanho de grão, para o mapa da amostra GDX preparada de acordo com a rotina RPI (I).